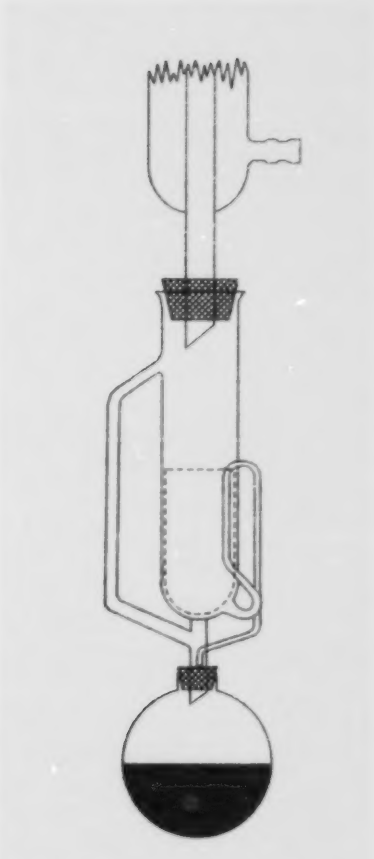
Série de la Protection de l'environnement



Compendium d'essais de lixiviation des déchets

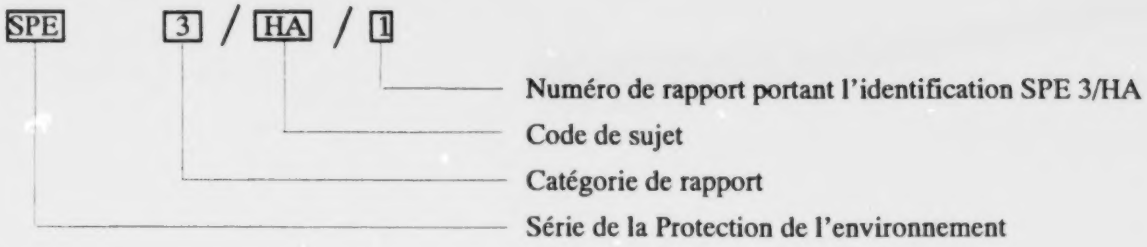
Rapport SPE 3/HA/7
Mai 1990

Canada

Environnement Canada | Environment Canada

SÉRIE DE LA PROTECTION DE L'ENVIRONNEMENT

Exemple de numérotation :



Catégories

1 Règlements/Lignes directrices/ Codes de pratiques
2 Évaluation des problèmes et options de contrôle
3 Recherche et développement technologique
4 Revues de la documentation
5 Inventaires, examens et enquêtes
6 Évaluations des impacts sociaux, économiques et environnementaux
7 Surveillance
8 Propositions, analyses et énoncés de principes généraux
9 Guides

Sujets

AG Agriculture
AN Technologie anaérobie
AP Polluants atmosphériques
AT Toxicité aquatique
CC Produits chimiques commerciaux
CE Consommateurs et environnement
CI Industries chimiques
FA Activités fédérales
FP Traitement des aliments
HA Déchets dangereux
IC Chimie inorganique
MA Pollution marine
MM Exploitation minière et traitement des minéraux
NR Régions du Nord et rurales
PF Papier et fibres
PG Production d'électricité
PN Pétrole et gaz naturel
RA Réfrigération et climatisation
RM Méthodes de référence
SF Traitements de surface
SP Déversements de pétrole et de produits chimiques
SRM Méthodes de référence normalisées
TS Systèmes de transport
TX Textiles
UP Pollution urbaine
WP Protection/préservation du bois

Des sujets et des codes additionnels sont introduits au besoin. On peut obtenir une liste des publications de la SPE en s'adressant aux Publications de la Protection de l'environnement, Conservation et Protection, Environnement Canada, Ottawa (Ontario) K1A 0H3.

Cette publication est imprimée sur du papier contenant des rebuts recyclés.

COMPENDIUM D'ESSAIS DE LIXIVIATION DES DÉCHETS

Centre technique des eaux usées
Environnement Canada

L'élaboration de ce compendium a été financée conjointement par :
Environnement Canada,
la United States Environmental Protection Agency et
le ministère de l'Environnement de l'Ontario

Rapport SPE 3/HA/7
Mai 1990

90-05303/1

Données de catalogage avant publication (Canada)

Vedette principale au titre:

Compendium d'essais de lixiviation des déchets

(Rapport ; SPE 3/HA/7)
Publ. en anglais sous le titre: Compendium of waste leaching tests.
"L'élaboration de ce compendium a été financée conjointement par Environnement Canada, la United States Environmental Protection Agency et le ministère de l'Environnement de l'Ontario."
Publ. par Conservation et protection.
Comprend des références bibliogr.
ISBN 0-662-96160-9
N° de cat. MAS En49-4/3-7F

1. Déchets industriels -- Lixiviation. 2. Dépôts de déchets dangereux -- Lixiviation. 3. Lixiviation. I. Centre technique des eaux usées (Canada). II. Canada. Conservation et protection. III. Ontario. Ministère de l'environnement. IV. États-Unis. Environmental Protection Agency. V. Coll.: Rapport (Canada. Environnement Canada) ; SPE 3/HA/7.

TD897.8C32C6514 1990 363.72'8 C90-098647-6

©Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1990
No de catalogue En49-4/3-7F
ISBN 0-662-96190-9
IMPRIMERIE BEAUREGARD LIMITÉE

AVIS DE RÉVISION

Ce document a été examiné par la Direction du développement technologique d'Environnement Canada, qui a approuvé sa publication. Cette approbation ne signifie pas que ce document présente nécessairement les points de vue et les politiques d'Environnement Canada. Toute mention d'une marque déposée ou d'un produit commercial ne constitue nullement une recommandation de la part d'Environnement Canada.

COMMENTAIRES

Les personnes qui désirent faire part de leurs commentaires sur la teneur du présent rapport sont priées de les adresser à :

H.W. Campbell
Centre technique des eaux usées
Environnement Canada
867, boul. Lakeshore
Burlington (Ontario)
L7R 4A6

This report is also available in English under the title "Compendium of Waste Leaching Tests". Please contact:

Publications
Environmental Protection
Conservation and Protection
Environment Canada
Ottawa, Ontario
K1A 0H3

RÉSUMÉ

Ce compendium est destiné à la personne non initiée, afin de l'introduire aux essais de lixiviation. Ce document présente la lixiviation en termes de concepts plutôt que sous forme d'équations mathématiques, et il offre une classification et une nomenclature uniforme des essais de lixiviation, un glossaire et une bibliographie exhaustive. En tant que tel, il donne au profane un aperçu des objectifs des essais de lixiviation, des particularités expérimentales et de l'interprétation des résultats d'essai, tout en constituant pour l'expert une liste unique de références.

ABSTRACT

This compendium is a layperson's introduction to leaching tests. It describes leaching in terms of concepts rather than mathematical equations, introduces a classification and uniform nomenclature for leaching tests, and includes a glossary and a comprehensive bibliography. As such, it gives the novice an overview of leaching test purposes and experimental features and the interpretation of test results while providing the expert with a unique list of references.

TABLE DES MATIÈRES

		Page
RÉSUMÉ		v
ABSTRACT		vi
LISTE DES FIGURES		ix
LISTE DES TABLEAUX		x
REMERCIEMENTS		xi
GLOSSAIRE		xii
SOMMAIRE		xv
1	INTRODUCTION	1
2	DESCRIPTION DU PROCESSUS DE LIXIVIATION	4
3	CLASSIFICATION DES ESSAIS DE LIXIVIATION	11
3.1	Essais d'extraction	11
3.1.1	Essais d'extraction avec agitation	12
3.1.2	Essais d'extraction sans agitation	13
3.1.3	Essais séquentiels d'extraction chimique	13
3.1.4	Essais d'accumulation de la concentration	14
3.2	Essais dynamiques	15
3.2.1	Essais sériels par lots	16
3.2.2	Essais par immersion	17
3.2.3	Essais par élution	17
3.2.4	Essais avec l'appareil de Soxhlet	19
4	PRINCIPALES VARIABLES DES ESSAIS DE LIXIVIATION	21
4.1	Préparation de l'échantillon	21
4.2	Composition de la solution de lixiviation	23
4.3	Méthode de mise en contact	23
4.4	Rapport liquide-solide	26
4.5	Temps de contact	28
4.6	Température	29
4.7	Séparation du lixiviat	29
5	MÉTHODES D'ESSAI DE LIXIVIATION	31
5.1	Essais d'extraction	31
5.1.1	Essais d'extraction avec agitation	31
5.1.2	Essais d'extraction sans agitation	36
5.1.3	Essais séquentiels d'extraction chimique	37
5.1.4	Essais d'accumulation de la concentration	37

5.2	Essais dynamiques	37
5.2.1	Essais sériels par lots	37
5.2.2	Essais par immersion	42
5.2.3	Essais par élution	45
5.2.4	Essai avec l'appareil de Soxhlet	47
6	PROCÉDÉS D'ACCÉLÉRATION	48
7	CONSIDÉRATIONS RELATIVES À L'INTERPRÉTATION	50
7.1	Examen des données de lixiviation	50
7.2	Réduction des données de lixiviation	52
7.3	Analyse indépendante du temps	53
7.4	Analyse en fonction du temps	57
8	CONCLUSIONS	61
RÉFÉRENCES		63
BIBLIOGRAPHIE		66

LISTE DES FIGURES

Figure		Page
1	SYSTÈME DE LIXIVIATION D'UN DÉCHET	1
2	SCHÉMA DU CYCLE HYDROLOGIQUE	5
3	RÉGIMES EXTRÊMES D'ÉCOULEMENT DE L'EAU	7
4	INTERACTIONS DÉCHETS-SOLUTION DE LIXIVIATION	8
5	ESSAI D'EXTRACTION AVEC AGITATION	12
6	ESSAIS D'EXTRACTION SANS AGITATION	13
7	ESSAIS SÉQUENTIELS D'EXTRACTION CHIMIQUE	14
8	ESSAI D'ACCUMULATION DE LA CONCENTRATION	15
9	ESSAI SÉRIEL PAR LOTS	16
10	ESSAIS PAR IMMERSION	18
11	ESSAIS PAR ÉLUTION	19
12	ESSAI AVEC L'APPAREIL DE SOXHLET	20
13	FRACTIONS LIQUIDES ET SOLIDES DU SYSTÈME DÉCHETS-SOLUTION DE LIXIVIATION	27
14	COURBES TYPES DE CONCENTRATION DES CONSTITUANTS	55
15	COURBES TYPES DE LIBÉRATION DES CONSTITUANTS	56
16	FRACTION LIXIVIÉE AVEC DIFFÉRENTS ESSAIS DE LIXIVIATION	58
17	EFFET DE LA VITESSE DE LA SOLUTION DE LIXIVIATION SUR LE TAUX DE LIXIVIATION	59

LISTE DES TABLEAUX

Tableau		Page
1	OBJECTIFS DES ESSAIS DE LIXIVIATION	2
2	RECOMMANDATIONS POUR LA QUALITÉ DE L'EAU POTABLE AU CANADA	6
3	FACTEURS IMPORTANTS DE LA COMPOSITION DE LA SOLUTION DE LIXIVIATION	23
4	SOLUTIONS DE LIXIVIATION D'USAGE COURANT	24
5	AVANTAGES ET DÉSAVANTAGES DE SOLUTIONS DE LIXIVIATION D'USAGE COURANT	24
6	TEMPÉRATURES MOYENNES OBSERVÉES À DIVERS SITES D'ÉLIMINATION	29
7	ESSAIS D'EXTRACTION PAR AGITATION	32
8	MÉTHODES D'ESSAI D'EXTRACTION SANS AGITATION	36
9	MÉTHODE D'ESSAI SÉQUENTIEL D'EXTRACTION CHIMIQUE	38
10	MÉTHODE D'ESSAI D'ACCUMULATION DE LA CONCENTRATION	38
11	ESSAIS SÉRIELS PAR LOTS	39
12	ESSAIS PAR IMMERSION	43
13	MÉTHODES D'ESSAI PAR ÉLUTION	45
14	MÉTHODE D'ESSAI AVEC L'APPAREIL DE SOXHLET	47
15	CARACTÉRISATION MICROMORPHOLOGIQUE	52

REMERCIEMENTS

Ce compendium a été élaboré par R. Caldwell, T. Constable, P. Côté, J. McLellan, S. Sawell et J. Stegemann du Centre technique des eaux usées, et par R. Dayal de Ontario Hydro.

Mark Brika, David Friedman, Larry Holcombe, Raj Khettry, Tom McNevin, John Mendel et Hans van der Sloot ont réalisé l'examen détaillé de ce document et participé à l'élaboration du contenu technique.

GLOSSAIRE

Agent chélateur :	Ligand qui se fixe sur deux ou plusieurs sites d'un ion métallique central.
Aire de la surface de contact :	Dimension de la surface qui entre en contact avec l'agent de lixiviation.
Aliquote :	Partie connue d'un corps qui est contenue un nombre exact de fois dans ce corps.
Blanc :	Spécimen ou lixiviat de constitution et de composition semblables à celles des autres spécimens, mais qui est dépourvu des espèces faisant l'objet de l'essai.
Conductivité hydraulique :	Constante de proportionnalité où les dimensions sont divisées par le temps, et qui relie la vitesse ou le débit de l'eau au gradient hydraulique d'un milieu poreux.
Contaminant :	Typiquement, un constituant indésirable (p. ex. dangereux ou radioactif), qui rend impure une autre substance.
Déchet solide :	Fraction de déchets multiphasés qui ne renferme pas de phase liquide libre.
Déchets solidifiés :	Corps stable et solide qui se forme à la suite de la solidification, de la fusion ou de la consolidation de déchets, et qui est conforme à des spécifications d'élimination.
Désorption :	Libération de substances adsorbées à une surface solide vers une phase liquide.
Diffusion moléculaire :	Déplacement de molécules sous l'influence d'une différence de potentiel chimique.
Dissolution :	Transfert d'une espèce qui passe d'une phase solide à une phase liquide sous l'effet des interactions chimiques ou physiques entre l'espèce soluble et le solvant.
Doper :	Ajouter sciemment une quantité connue d'un constituant à une aliquote d'un échantillon ou d'une solution de lixiviation.
Durabilité :	Capacité des déchets solidifiés de résister à la détérioration physique et aux attaques chimiques.
Effet de canalisation :	Tendance de l'eau à cheminer vers des espaces qui offrent le moins de résistance à son écoulement.

Effluent :	Fluide qui émane d'une source.
Électroneutralité :	État de neutralité électrique d'une solution ionique.
Élution :	Enlèvement des substances adsorbées sous l'action lessivante d'un agent de lixiviation.
Équilibre chimique :	État réversible où il n'y a pas d'échange net de particules ou d'énergie entre les phases ou espèces présentes.
Équilibre dynamique :	État d'équilibre constant entre les phases ou entre les composants d'un système.
Essai Proctor :	Essai en laboratoire de compactage des sols ou de matériaux apparentés.
Exactitude :	Degré de conformité d'une mesure avec la valeur réelle qui doit être mesurée.
Fraction lixiviée :	Masse du constituant dans le lixiviat divisée par la masse totale du constituant dans l'échantillon de départ.
Gradient hydraulique :	Différence de potentiel hydraulique entre deux points, divisée par la distance qui les sépare.
Modèle d'équilibre chimique :	Description mathématique générale d'un système chimique dans des conditions d'équilibre.
Modèles mécanistes :	Descriptions détaillées des processus de lixiviation, qui sont basées sur des équations mathématiques décrivant les mécanismes fondamentaux.
Monolithique :	Qui est d'un seul bloc.
Nucléide radioactif :	Atome radioactif.
Partage :	Répartition d'un constituant chimique parmi diverses phases.
Photolyse :	Changements induits par une énergie rayonnante, dont la lumière visible.
Porosité :	Propriété d'un matériau qui est reliée à la quantité d'espace vide qu'il contient, et qui s'exprime comme le rapport entre le volume d'espace vide et le volume total.
Porosité réelle :	Fraction de l'espace vide total à travers laquelle l'eau peut filtrer.

Potentiel d'oxydoréduction (EH) :	Potentiel généré lorsqu'un élément passe d'un état à un autre.
Précision :	Degré selon lequel des mesures répétées permettent d'obtenir les mêmes résultats.
Radioactivité :	Propriété de certains éléments de se transformer par désintégration du noyau atomique, avec l'émission spontanée de rayonnements (particules alpha, électrons, neutrons, rayons gamma ou rayons X).
Sous-surface :	Couche superficielle de l'écorce terrestre qui va jusqu'à la profondeur des fosses dans lesquelles les déchets sont enfouis.
Stabilité chimique :	Capacité de résister à un changement de composition chimique.
Taux de libération :	Masse du constituant dans le lixiviat divisée par la masse totale de l'échantillon.
Tortuosité :	Rapport entre la longueur de cheminement sinueux entre deux points et la longueur de la distance linéaire entre ces points.
Transport :	Déplacement de constituants chimiques au sein des phases liquide et gazeuse d'une matrice solide.
Transport par advection :	Mouvement de l'eau sous l'influence d'un gradient hydraulique.

SOMMAIRE

Ce compendium est destiné à la personne non initiée, afin de l'introduire aux essais de lixiviation. Ce document présente la lixiviation en termes de concepts plutôt que sous forme d'équations mathématiques, et il offre une classification et une nomenclature uniforme des essais de lixiviation, un glossaire et une bibliographie exhaustive. En tant que tel, il donne au profane un aperçu des objectifs des essais de lixiviation, des particularités expérimentales et de l'interprétation des résultats d'essai, tout en constituant pour l'expert une liste unique de références.

De façon générale, un essai de lixiviation consiste à mettre en contact des déchets et un liquide, afin d'identifier les composants des déchets qui se dissolvent dans le liquide. Ce compendium présente un modèle conceptuel des mécanismes de lixiviation; il traite notamment de l'écoulement de l'eau, de la diffusion et des réactions chimiques. Ces concepts servent à illustrer la façon dont certains mécanismes peuvent entrer en jeu dans l'inhibition de la lixiviation sur le terrain et lors d'essais en laboratoire.

Les essais de lixiviation utilisés dans les domaines des déchets dangereux et des déchets radioactifs ont été recensés, puis séparés en deux grandes catégories, selon que la solution de lixiviation est renouvelée ou non : les essais d'extraction (non-renouvellement de la solution de lixiviation) et les essais dynamiques (renouvellement de la solution de lixiviation).

Les essais d'extraction incluent tous les essais où une quantité donnée de solution de lixiviation est mise en contact avec une quantité donnée de déchets, pendant une période de temps précise, sans renouvellement de la solution de lixiviation. À la fin de la période de contact, le lixiviat est séparé des déchets, puis il est analysé. Les essais d'extraction comptent quatre sous-catégories :

1) les essais d'extraction avec agitation;
2) les essais d'extraction sans agitation;
3) les essais séquentiels d'extraction chimique;
4) les essais d'accumulation de la concentration.

Les essais dynamiques incluent tous les essais où la solution de lixiviation est renouvelée de façon continue ou intermittente pour maintenir la force motrice de lixiviation. Les essais dynamiques produisent des données sur la cinétique de mobilisation des contaminants. Cette information est exprimée en fonction du temps, et l'accent est souvent mis sur la préservation de l'intégralité de la structure des déchets solidifiés. Ces

deux facteurs font que cette catégorie d'essais se prête à l'étude de mécanismes de lixiviation plus complexes.

Les essais dynamiques peuvent être divisés à leur tour en sous-catégories, selon la façon dont on définit l'interface entre les déchets et la solution de lixiviation. Les essais où on utilise des particules de déchets individuelles dans la définition de l'interface sont appelés essais sériels par lots. Pour les essais suivants, une caractéristique dimensionnelle du déchet est utilisée dans la définition de l'interface, soit la surface géométrique extérieure ou la surface géométrique qui est à angle droit avec la direction d'écoulement :

1) les essais par immersion;
2) les essais par élution;
3) les essais avec l'appareil de Soxhlet.

Les méthodes qui sont présentées satisfont à un ou plusieurs des critères suivants : 1) la méthode est parrainée par un organisme reconnu; 2) il s'agit d'une norme volontaire ou de réglementation; 3) la méthode est diffusée publiquement; 4) des résultats représentatifs ont fait l'objet de publications.

Un bref historique de chaque méthode, son objet, ainsi que toute caractéristique spéciale sont présentés dans ce document. Le détail des variables expérimentales est donné sous forme de tableau, et des références relatives aux essais sont énumérées dans la bibliographie. Les méthodes suivantes sont examinées :

- Extraction Procedure Toxicity Test;
- Leachate Extraction Procedure;
- Toxicity Characteristics Leaching Procedure;
- la méthode de lixiviation du Québec;
- California Waste Extraction Test;
- l'essai de lixiviation français;
- la méthode American Society for Testing and Materials D3987;
- la méthode d'extraction à l'équilibre;
- la méthode de lessivage par lots multiples;
- les méthodes 1 à 5 du Materials Characterization Center;
- Sequential Chemical Extraction;
- Standard Leaching Test, procédé C, University of Wisconsin;
- Multiple Extraction Procedure, méthode 1320;
- Monofill Waste Extraction Procedure;

- Graded Serial Batch Test;
- Sequential Batch Extraction Method;
- Waste Research Unit Repetitive Shaker Test;
- Standard Leaching Test, Cascade Test;
- l'essai dynamique de lixiviation de l'Agence internationale de l'énergie atomique;
- l'essai de lixiviation de l'ISO;
- la méthode American National Standards Institute/American Nuclear Society 16.1;
- Dynamic Leach Test;
- la méthode sur colonne de l'American Society for Testing and Materials;
- l'essai normalisé de lixiviation du SOSUV, essai sur colonne.

Sept variables expérimentales, qui sont communes à tous les essais d'extraction et à tous les essais dynamiques, sont discutées en détail afin de faciliter une sélection et l'interprétation des protocoles existants. Les sept variables sont : 1) la préparation de l'échantillon; 2) la composition de la solution de lixiviation; 3) la méthode de mise en contact; 4) le rapport liquide-solide; 5) le temps de contact; 6) la température; 7) la séparation du lixiviat.

En dernier lieu, des considérations relatives à l'interprétation des données sont présentées; elles sont divisées en quatre sections qui traitent de l'examen des données, de la réduction des données, de l'analyse indépendante du temps et de l'analyse en fonction du temps.

1 INTRODUCTION

De façon générale, un essai de lixiviation consiste dans la mise en contact de déchets et d'un liquide, afin de permettre l'identification des composants des déchets qui se dissolvent dans le liquide. Avant d'entrer en contact avec le déchet, le liquide est appelé solution (agent) de lixiviation; après la période de contact, on parlera de lixiviat (figure 1). Des variations infinies peuvent être introduites en changeant les conditions expérimentales, notamment la composition de la solution de lixiviation, la méthode de mise en contact, le rapport liquide-solide, le temps de contact et la température; ceci permet d'étudier les phénomènes chimiques et de transfert de masse qui déterminent l'ampleur et le taux de lixiviation.

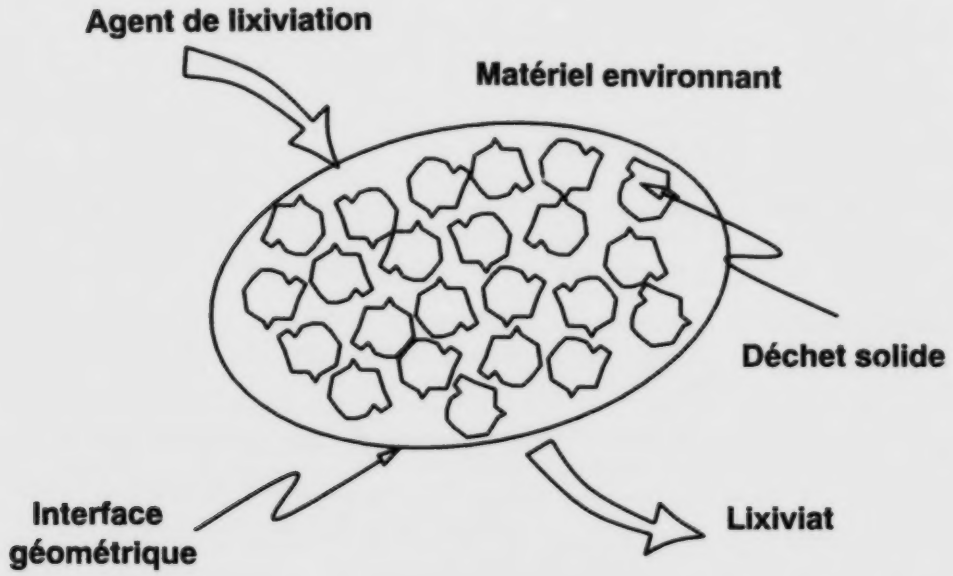


FIGURE 1 SYSTÈME DE LIXIVIATION D'UN DÉCHET

Les essais de lixiviation touchent à plusieurs objectifs, les plus courants étant énumérés au tableau 1. Pour plusieurs de ces objectifs, notamment

- l'identification des constituants lixiviables,
- la classification des déchets dangereux,
- l'évaluation des modifications à un procédé,

TABLEAU 1 OBJECTIFS DES ESSAIS DE LIXIVIATION

Objectif	Description
Identification des constituants lixiviables	Identifier les constituants de déchets qui peuvent se dissoudre lors d'un contact avec un liquide.
Classification des déchets dangereux	Évaluer les déchets en fonction des critères permettant de les classifier comme étant dangereux ou non.
Évaluation des modifications à un procédé	Déterminer si les modifications apportées à un procédé engendrant des déchets permettent d'obtenir des déchets plus résistants à la lixiviation.
Comparaison des méthodes de traitement des déchets	Déterminer si un procédé ou une méthode de traitement des déchets permet une rétention améliorée des contaminants.
Contrôle de la qualité du traitement des déchets	Vérifier l'efficacité d'un procédé de traitement, à savoir si le traitement est acceptable ou non.
Conception de systèmes de traitement de lixiviats	Obtenir un lixiviat type afin de mener des expériences sur son traitement.
Estimation des concentrations sur le terrain	Exprimer la lixiviation en fonction du temps (afin de permettre son utilisation comme terme source lors de la modélisation du comportement de l'eau souterraine).
Quantification des paramètres de modélisation	Quantifier les coefficients de partage et les paramètres cinétiques qui seront utilisés dans la modélisation du transfert.
Évaluation du risque	Estimer l'impact potentiel sur l'environnement de l'élimination de déchets.

- la comparaison des méthodes de traitement des déchets,
- le contrôle de la qualité du traitement des déchets,
- la conception de systèmes de traitement de lixiviats,

les essais de lixiviation sont utilisés pour obtenir des données sur la concentration et la libération des constituants de déchets solides dans des conditions de référence.

Pour les trois autres objectifs, soit

- l'estimation des concentrations sur le terrain,
- la quantification des paramètres de modélisation,
- l'évaluation du risque,

un essai de lixiviation est utilisé pour obtenir des données sur la libération des constituants dans des conditions qui ressemblent à celles observées au site d'élimination. Cette information peut ensuite être utilisée dans des modèles mathématiques pour prédire la capacité de lixiviation à long terme.

Le présent document est structuré comme suit. Une description générale du processus de lixiviation est présentée au chapitre 2. Plusieurs méthodes d'essai de lixiviation ont été identifiées et examinées parmi les publications se rapportant aux déchets dangereux et aux déchets radioactifs; ces essais sont classés et définis en termes généraux au chapitre 3. Les principales variables expérimentales sont discutées au chapitre 4, et les méthodes choisies sont décrites au chapitre 5. Dans le chapitre 6, nous discutons de la relation temporelle qui existe entre les essais en laboratoire, qui sont caractérisés par une courte durée, et la lixiviation sur le terrain, qui est un processus de longue durée. En dernier lieu, au chapitre 7, nous examinons la façon dont les résultats des divers essais de lixiviation peuvent être exprimés, et la façon dont le mode d'expression peut influencer le choix d'un essai face à une application donnée.

Ce compendium a été écrit pour le profane, afin de l'introduire aux essais de lixiviation. Les publications traitant d'essais de lixiviation des déchets consistent en plusieurs centaines de documents de tous genres, qui sont parfois difficiles d'accès. Elles émanent de deux communautés scientifiques distinctes, l'une s'intéressant aux déchets dangereux, et l'autre, aux déchets radioactifs; ces communautés interagissent très peu et en conséquence, elles ont élaboré des nomenclatures et des symboles différents. La lecture de comptes rendus de recherche ou de publications scientifiques est souvent non productive parce que ces documents sont destinés à des spécialistes et ils traitent de problèmes précis.

Ce document concis présente la lixiviation en termes de concepts plutôt que sous forme d'équations mathématiques, et il offre une classification et une nomenclature uniforme des essais de lixiviation, un glossaire et une bibliographie exhaustive (la bibliographie est structurée selon les catégories principales d'essais qui sont définies au chapitre 3). En tant que tel, il donne au profane un aperçu des objectifs des essais de lixiviation, des particularités expérimentales et de l'interprétation des résultats d'essai, tout en constituant pour l'expert une liste unique de références.

2 DESCRIPTION DU PROCESSUS DE LIXIVIATION

À l'origine, les essais de lixiviation ont été conçus pour l'évaluation rapide de l'impact environnemental de la mise en décharge de déchets solides. À la suite de leur élimination, les déchets solides peuvent entrer en contact avec un agent de lixiviation, notamment l'eau de pluie, l'eau de surface ou l'eau souterraine. Même si on tente d'éliminer tout contact avec l'eau, cela est rarement possible, et il en résultera que certains constituants de déchets seront dissous par un agent de lixiviation. Puisque le cycle hydrologique (figure 2) est ininterrompu -- l'eau se trouvant sous forme de vapeur d'eau dans l'atmosphère, puis d'eau de surface et d'eau souterraine --, la lixiviation des déchets solides et le transfert subséquent de constituants dissous peuvent avoir des conséquences graves sur la qualité de l'environnement.

Les déchets solides, qui sont les plus importants relativement à la lixiviation en sous-surface, incluent les cendres d'incinérateurs, les cendres volantes et les autres cendres de combustion; les boues et les gâteaux de boues provenant des opérations de traitement physique et chimique des eaux usées; les sols contaminés; les sables de fonderies; les résidus miniers; les détritus de bassins à boues; les résidus de dragage; les déchets faiblement et moyennement radioactifs. Ces résidus sont éliminés sous forme de poudres sèches, de boues liquides, de boues ou de déchets solidifiés, et ils peuvent contenir une grande variété de constituants organiques et inorganiques. Les constituants qui peuvent avoir un effet nocif sur l'environnement sont connus sous le nom de contaminants, et leur quantité dans l'eau potable ne doit pas dépasser les normes établies (recommandations au tableau 2).

La lixiviation a lieu lorsque les substances contaminantes contenues dans les déchets entrent en contact avec un agent de lixiviation. La nature du contact est déterminée par les propriétés physiques et mécaniques des déchets, notamment la teneur en eau, la porosité, l'homogénéité et la conductivité hydraulique, de même que par les propriétés correspondantes de la matière entourant les déchets.

Le contact se produit lorsque la solution de lixiviation circule autour du déchet (figure 3a), lorsque la solution de lixiviation circule à travers le déchet (figure 3b), ou en présence d'une combinaison complexe de ces deux phénomènes. L'eau a davantage tendance à circuler autour d'un déchet poreux si la conductivité hydraulique du déchet est beaucoup plus faible que celle du matériel avoisinant. L'eau circule à travers le déchet en présence des conditions inverses. Le gradient hydraulique à travers un déchet est aussi un

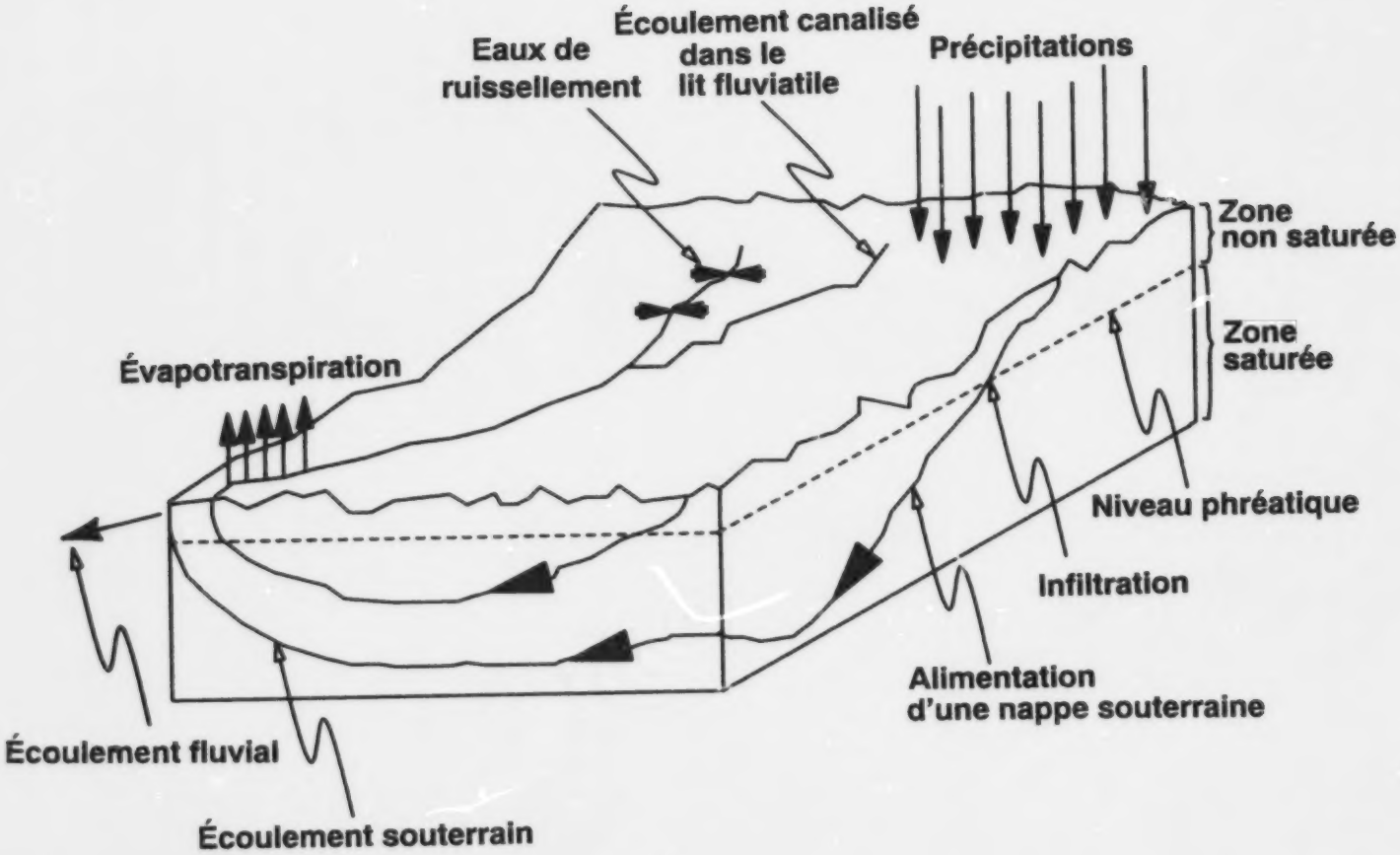
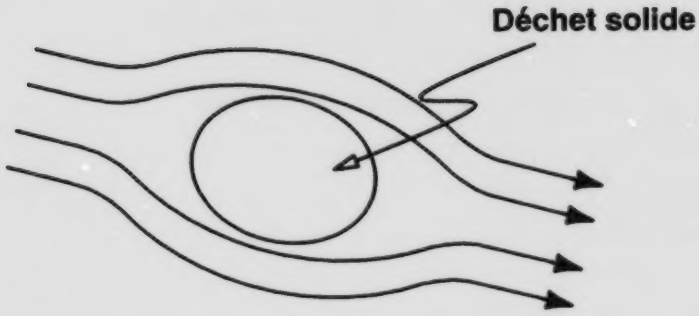


FIGURE 2 SCHÉMA DU CYCLE HYDROLOGIQUE

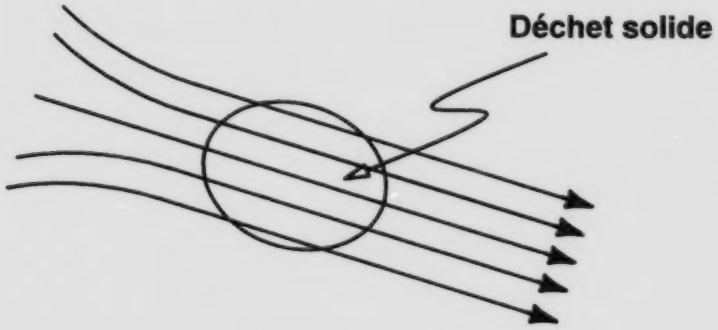
TABLEAU 2 RECOMMANDATIONS POUR LA QUALITÉ DE L'EAU POTABLE AU CANADA(1)

Paramètre	Concentration maximale	Paramètre	Concentration maximale
Alachlore	-	Heptachlore + Époxyde d'heptachlore	0,003
Aldicarbe	0,009	Fer	<0,3
Aldrine + Dieldrine	0,0007	Plomb	0,05
Antimoine	-	Lindane	0,004
Arsenic	0,05	Linuron	-
Amiante	-	Malathion	0,19
Atrazine	0,06	Manganèse	<0,05
Azinphos-méthyle	0,02	MCPA	-
Baryum	1,0	Mercure	0,001
Bendiocarbe	0,04	Méthoxychlore	0,9
Benzène	0,005	Méthylparathion	0,007
Benzo(a)pyrène	0,00001	Metolachlore	0,05
Bore	5,0	Métribuzine	0,08
Bromoxynil	0,005	Nitrates	10,0
Cadmium	0,005	Acide nitrilotriacétique	0,05
Carbaryl	0,09	Nitrites	1,0
Carbofuran	0,09	Odeur	-
Carbone (tétrachlorure de)	0,005	Paraquat	0,01
Chlordane	0,007	Parathion	0,05
Chlorures	<250	BPC	-
Chlorobenzène; 1,2-di-	0,003	Pesticides totaux	0,1
Chlorobenzène; 1,4-di-	0,001	pH	6,5-8,5
Chlorophénol; 2,4-di-	0,0003	Phénols	-
Chlorophénol; penta-	0,03	Phorate	0,002
Chlorophénol; 2,3,4,6-tétra-	0,001	Piclorame	-
Chlorophénol; 2,4,6-tri-	0,002	Sélénium	0,01
Chloropyrifos	0,09	Argent	-
Chrome	0,05	Simazine	0,01
Couleur	<15 UCV	Sodium	-
Cuivre	<1,0	Sulphates	<150
Cyanazine	0,01	Sulfures (H_2S)	<0,05
Cyanures	0,2	2,4,5-T	0,02
2,4-D	0,1	2,4,5-TP	-
DDT + métabolites	0,03	Goût	-
Diazinon	0,02	TCA(i)	-
Dicamba	0,12	Téméphos	0,28
1,2-dichloroéthane	-	Température	<15°C
1,1-dichloroéthylène	-	Terbufos	0,001
Dichlorométhane	0,05	Tétrachloroéthylène	-
Diclofop-méthyle	0,009	Toluène	<0,024
Dieldrine + Aldrine	0,0007	Matières totales dissoutes	<500
Diméthoate	0,02	Toxaphène	-
Dinosèbe	-	Triallate	0,23
Dioxines	-	1,1,1-trichloroéthane	-
Diquat	0,07	Trichloroéthylène	-
Diuron	0,15	Trifluraline	-
Endrine	-	Trihalométhanes	0,35
Éthylbenzène	<0,0024	Turbidité	1 UNT
Fluorures	1,5	Uranium	0,1
Furanes	-	Xylènes	<0,3
Essence	-	Zinc	<5,0
Glyphosate	0,28		
Dureté	100		

Note : Sauf indication contraire, les unités sont en mg/L
UCV = unité de couleur vraie (échelle platine cobalt)
UNT = unité de turbidité néphélémétrique



a) Eau circulant autour du déchet



b) Eau circulant à travers le déchet

FIGURE 3 RÉGIMES EXTRÊMES D'ÉCOULEMENT DE L'EAU

facteur important, et le gradient hydraulique et la conductivité hydraulique détermineront le seuil d'exposition des contaminants à la solution de lixiviation.

Le processus de lixiviation débute dès que les contaminants entrent en contact avec la solution de lixiviation. La lixiviation peut être décrite comme le produit de toutes les réactions physiques et chimiques responsables de la mobilisation d'une substance contaminante, de même que des mécanismes de transport des contaminants hors des déchets. Pour discuter de ces phénomènes, il est nécessaire de mentionner les deux échelles qui sont significatives dans la description de la lixiviation. À l'échelle macroscopique, la lixiviation est présente à l'interface géométrique qui sépare le déchet solide de la matière environnante (figure 1). À l'échelle microscopique, ou du pore, la lixiviation se manifeste à l'interface qui sépare les particules individuelles (figure 4).

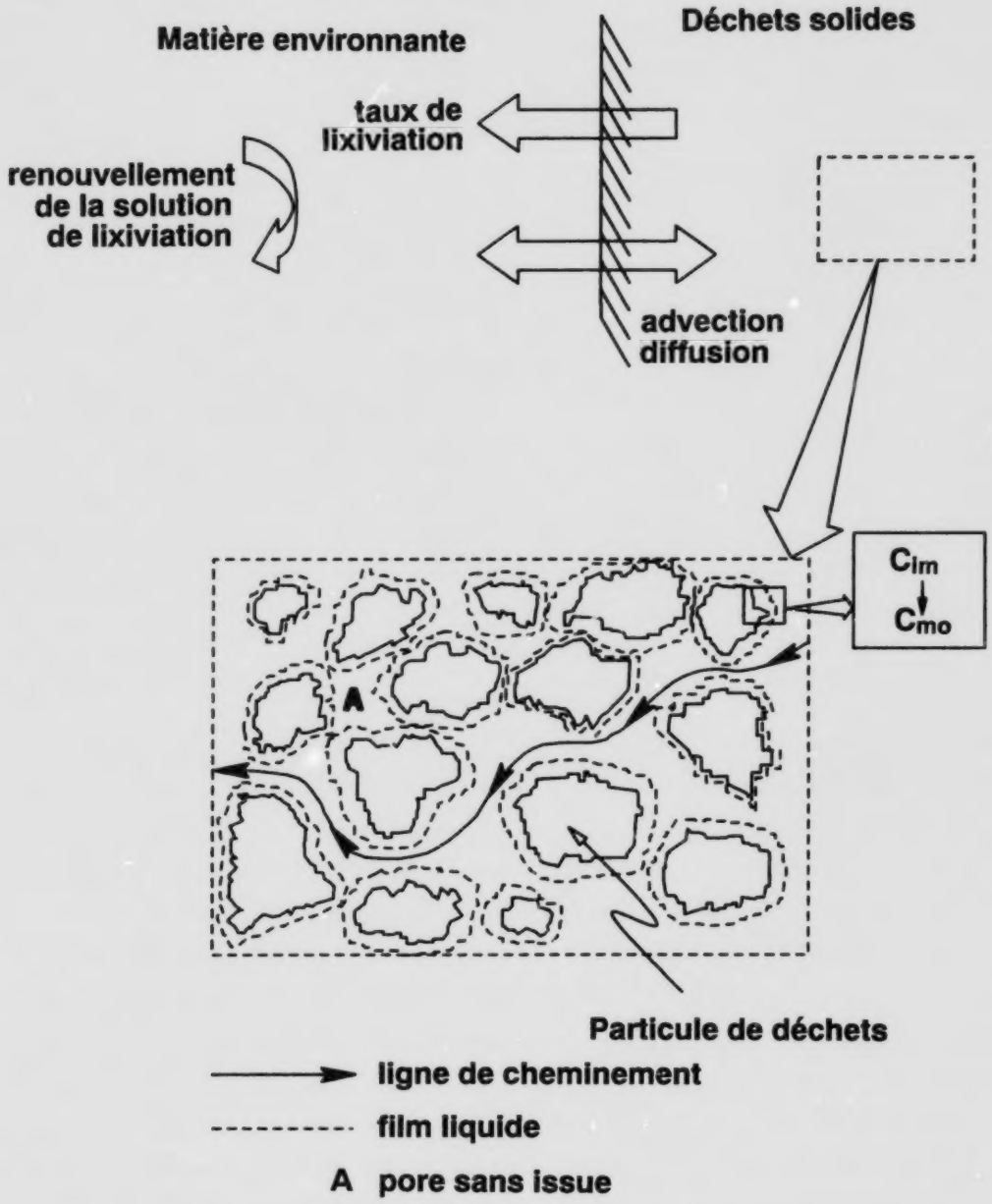


FIGURE 4 INTERACTIONS DÉCHETS-SOLUTION DE LIXIVIATION

En ce qui a trait aux déchets non poreux, tels que le verre et la céramique, il n'y a pas d'espaces dans le déchet et la lixiviation résulte d'échanges à l'interface, c'est-à-dire de la dissolution de la surface extérieure. Le renouvellement de la solution de lixiviation à l'interface géométrique cause aussi l'érosion de la surface des déchets solidifiés.

En ce qui a trait aux déchets poreux, beaucoup plus répandus, la lixiviation est amorcée au niveau du pore ou de l'interface particulaire. Ces déchets sont constitués de particules individuelles, consolidées ou non, et d'espaces entre celles-ci.

Si un déchet poreux est humide, plusieurs phases distinctes peuvent être présentes, soit plusieurs phases solides, une phase aqueuse, une phase liquide non aqueuse et une phase gazeuse. Avant l'entrée en contact avec l'agent de lixiviation, le déchet a habituellement atteint ou approche l'équilibre chimique, les substances contaminantes sont associées à des phases spécifiques, et il n'y a pas de transfert net entre les phases. L'entrée en contact du déchet solide avec la solution de lixiviation détruit l'équilibre chimique, ce qui amorce le processus de lixiviation. Le nouveau système atteindra à nouveau l'équilibre si le temps le permet, et dans la mesure où la solution de lixiviation n'est pas renouvelée.

Pour les déchets secs, le mouillage amorce la lixiviation en provoquant la mobilisation des constituants qui sont davantage susceptibles à la dissolution ou à la désorption. Au niveau du pore (figure 4), les constituants immobiles (C_{im}) deviennent mobiles (C_{mo}), sous l'effet d'un ensemble complexe de réactions chimiques telles que la dissolution, la désorption et le transport par diffusion moléculaire à travers le film liquide d'eau immobile qui entoure la particule de déchet.

L'impact de la lixiviation sur l'environnement se mesure ultimement lorsque les contaminants sont transportés loin des déchets. Si l'eau traverse un déchet solide, le transport par advection permet aux substances contaminantes, qui ont été mobilisées par des réactions au niveau du pore, de se déplacer à travers le déchet à différentes vitesses, qui sont égales ou inférieures à la vitesse moyenne de l'eau souterraine. Le déplacement de l'eau interstitielle varie grandement en vitesse et en direction, parce qu'elle doit suivre un parcours sinueux (tortuosité) à travers les pores ou espaces vides (la porosité réelle), qui sont interreliés de façon non uniforme. Ces variations de vitesse permettent à diverses portions de l'eau de se déplacer à une vitesse supérieure ou inférieure à la vitesse moyenne, ce qui entraîne un étalement (c.-à-d. une dilution) de la concentration de la substance contaminante à mesure qu'elle s'éloigne de sa source. Si l'eau ne circule pas à

travers les déchets poreux, les constituants solubles peuvent malgré tout être transportés par diffusion moléculaire, en réaction aux gradients de concentration. Collectivement, la dispersion mécanique et la diffusion constituent ce qu'on appelle la dispersion hydrodynamique.

Ainsi, la lixiviation est le résultat de réactions chimiques au niveau particulaire, qui provoquent la mobilisation des contaminants, et de processus de transport, qui peuvent être régis par des phénomènes d'advection, de diffusion, ou par une combinaison des deux phénomènes, selon le débit de la solution de lixiviation.

3 CLASSIFICATION DES ESSAIS DE LIXIVIATION

Aux fins de cette discussion, les essais de lixiviation ont été divisés en deux grandes catégories, selon que la solution de lixiviation est renouvelée ou non :

1) les essais d'extraction (non-renouvellement de la solution de lixiviation);
2) les essais dynamiques (renouvellement de la solution de lixiviation).

3.1 Essais d'extraction

Les essais d'extraction incluent tous les essais où une quantité précise de solution de lixiviation est mise en contact avec une quantité précise de déchets, pendant une période de temps donnée, sans renouvellement de la solution de lixiviation. (Cette définition n'englobe pas les extractions analytiques ou les procédés de digestion qui sont utilisés pour mesurer la concentration totale d'une substance contaminante dans des déchets.) Le lixiviat est ensuite séparé du déchet, puis il est analysé soit à divers temps au cours de l'essai pour déterminer l'atteinte d'une concentration constante et pour obtenir des données sur la cinétique du processus ou, de façon plus courante, à la fin de l'essai d'extraction.

La prémisse de ce genre d'essais est qu'un état d'équilibre est atteint à la fin de l'essai d'extraction (c.-à-d. que les concentrations des constituants dans le lixiviat ont atteint des valeurs constantes à la fin de l'essai). Dans un système clos, un état d'équilibre s'établit lorsqu'il n'y a plus de transfert net de constituants du liquide vers le solide, ou inversement. Puisque les réactions de dissolution dans des systèmes aussi complexes sont rarement réversibles, cet état ne correspond pas à l'équilibre thermodynamique.

Il est difficile de prélever des échantillons à divers temps au cours de l'essai d'extraction pour obtenir des données sur la cinétique ou sur l'atteinte d'une concentration constante, puisque cela doit être effectué sans perturber les interactions déchets-agent de lixiviation. Ces interactions dépendent de facteurs tels que le rapport liquide-solide et les échanges gazeux. Malgré tout, il est possible de suivre le processus de trois façons :

1) l'échantillonnage non destructif et l'analyse de paramètres tels que le pH, la conductivité ou la présence d'ions spécifiques;
2) le prélèvement de très petits échantillons (aliquotes), dont le volume est négligeable par rapport au volume total;
3) la préparation d'autant d'essais d'extraction que le nombre de prélèvements requis, et l'utilisation d'analyses destructives.

Les essais d'extraction se divisent à leur tour en quatre sous-catégories :

1) les essais d'extraction avec agitation;
2) les essais d'extraction sans agitation;
3) les essais séquentiels d'extraction chimique;
4) les essais d'accumulation de la concentration.

3.1.1 Essais d'extraction avec agitation. Les essais d'extraction avec agitation (figure 5) visent l'atteinte d'un état d'équilibre le plus rapidement possible. Ils concernent les propriétés chimiques du système déchets-agent de lixiviation, plutôt que les mécanismes physiques de limitation du processus. L'agitation assure l'obtention d'un mélange uniforme et facilite le contact entre les déchets et la solution de lixiviation. La réduction des dimensions particulaires des échantillons est souvent effectuée, de façon à accroître la surface de contact et à éliminer les limitations de transfert de masse. Cela permet aussi de réduire la durée de l'essai, en raison d'une diminution du temps requis pour arriver à l'équilibre du lixiviat. Toutefois, cette méthode peut mener à une surestimation de la libération des constituants à court terme.

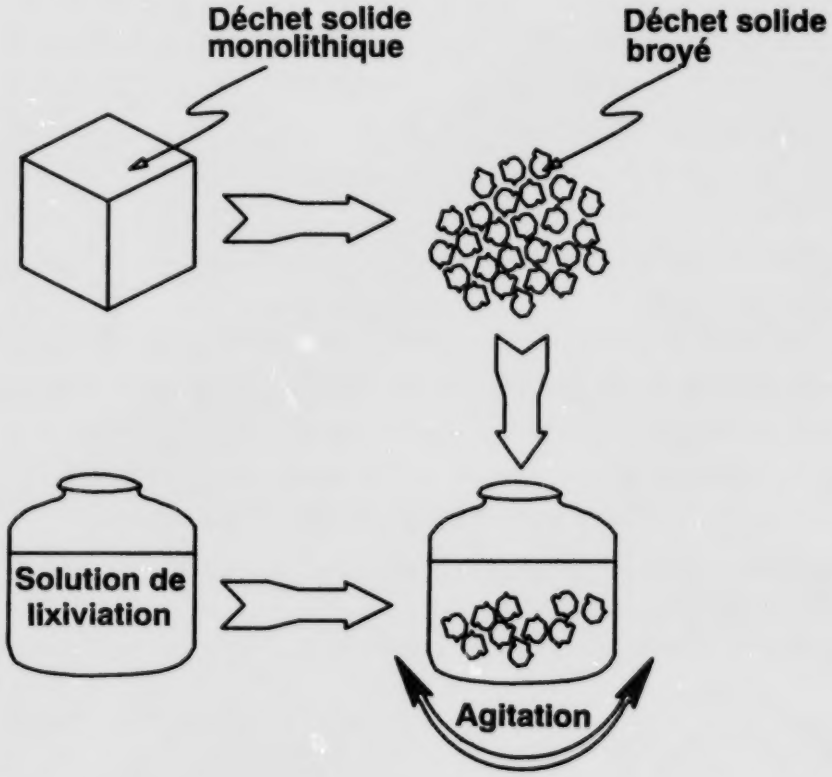
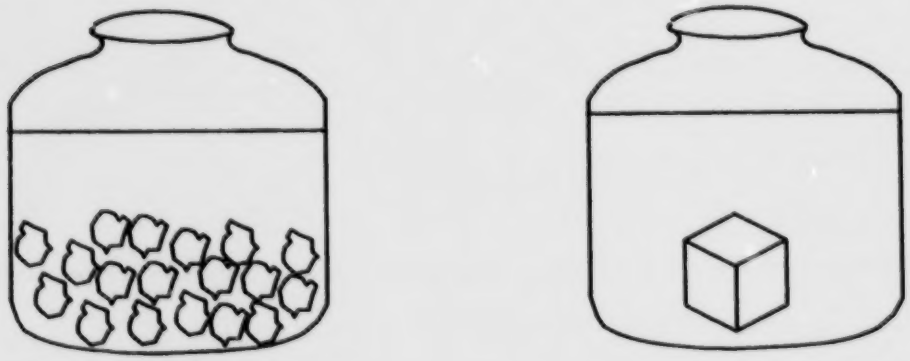


FIGURE 5 ESSAI D'EXTRACTION AVEC AGITATION

Un environnement de lixiviation en équilibre peut aussi être obtenu à l'aide d'une colonne où il y a recirculation du lixiviat dans un circuit fermé.

3.1.2 Essais d'extraction sans agitation. Les essais d'extraction sans agitation ont pour objet l'étude des mécanismes physiques de limitation du taux de lixiviation. La prémisse d'un essai d'extraction sans agitation est que l'intégralité physique de la matrice du déchet a un effet sur la quantité de contaminants qui est lixiviée durant un essai. Deux genres d'essais sans agitation sont illustrés à la figure 6. Ils peuvent être réalisés à partir d'échantillons non monolithiques (figure 6a) ou à partir d'échantillons monolithiques (figure 6b).



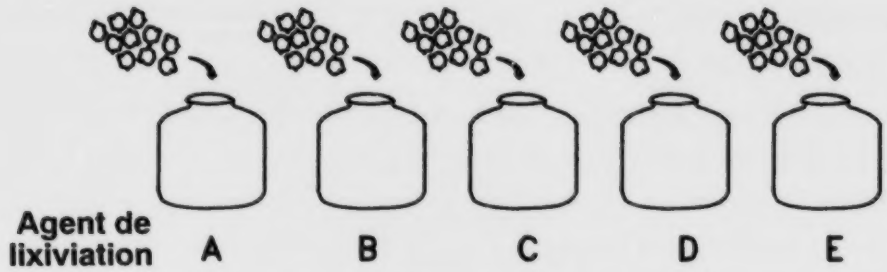
a) Essai statique sur un déchet solide non monolithique

b) Essai statique sur un déchet solide monolithique

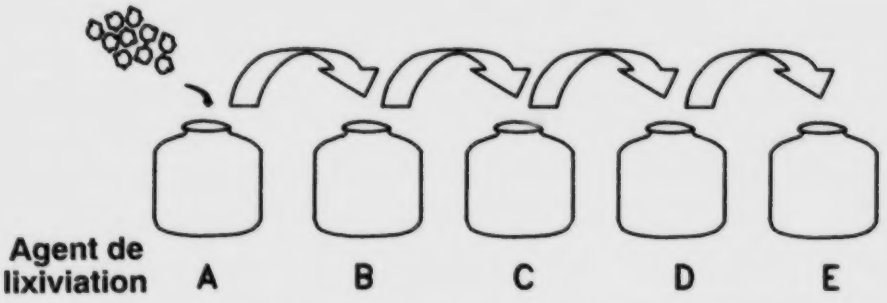
FIGURE 6 ESSAIS D'EXTRACTION SANS AGITATION

Le désavantage des essais sans agitation, comparativement aux essais avec agitation, réside dans le temps de contact plus long qui est quelquefois nécessaire pour atteindre l'état d'équilibre. L'avantage de ce genre d'essais vient du fait qu'ils tiennent compte des mécanismes de limitation du taux de lixiviation, qui sont reliés à l'intégralité physique du déchet.

3.1.3 Essais séquentiels d'extraction chimique. Les essais séquentiels d'extraction chimique consistent en une batterie d'essais d'extraction avec agitation (figure 7). Ils comportent l'élution répétée d'aliquotes d'un échantillon avec divers agents de lixiviation (A, B, C, D et E de la figure 7), chaque agent de lixiviation étant plus agressif que le précédent en ce qui a trait à l'attaque chimique du déchet (figure 7a). Cette méthode



a) Échantillons de déchets différents



b) Un seul échantillon de déchets, et séparation liquide-solide après chaque élution

FIGURE 7 ESSAIS SÉQUENTIELS D'EXTRACTION CHIMIQUE (avec cinq agents de lixiviation)

suppose que chaque agent de lixiviation peut aussi extraire la somme des substances contaminantes qui ont été extraites par toutes les solutions de lixiviation précédentes. Cet essai peut être réalisé en exposant la même aliquote d'échantillon à chacun des agents de lixiviation (figure 7b). Les constituants qui sont extraits à chaque élution pourront être associés à une forme chimique donnée ou à une phase minérale de la matrice des déchets. La définition de ces fractions tient plus à l'opération effectuée (p. ex. constituants extractibles au peroxyde) qu'à des espèces chimiques précises.

3.1.4 Essais d'accumulation de la concentration. Dans les essais d'accumulation de la concentration, l'extraction est caractérisée par un rapport liquide-solide cumulatif très faible. Plusieurs aliquotes d'échantillons de déchets sont mises en contact avec la même solution de lixiviation (figure 8). Le contact entre le lixiviat et un nouvel échantillon de déchets se veut un modèle du cheminement d'un volume donné d'eau à travers une très grande accumulation de déchets, le liquide devenant saturé de certaines substances contaminantes. L'objet de cet essai n'est pas de recueillir des données sur la cinétique,

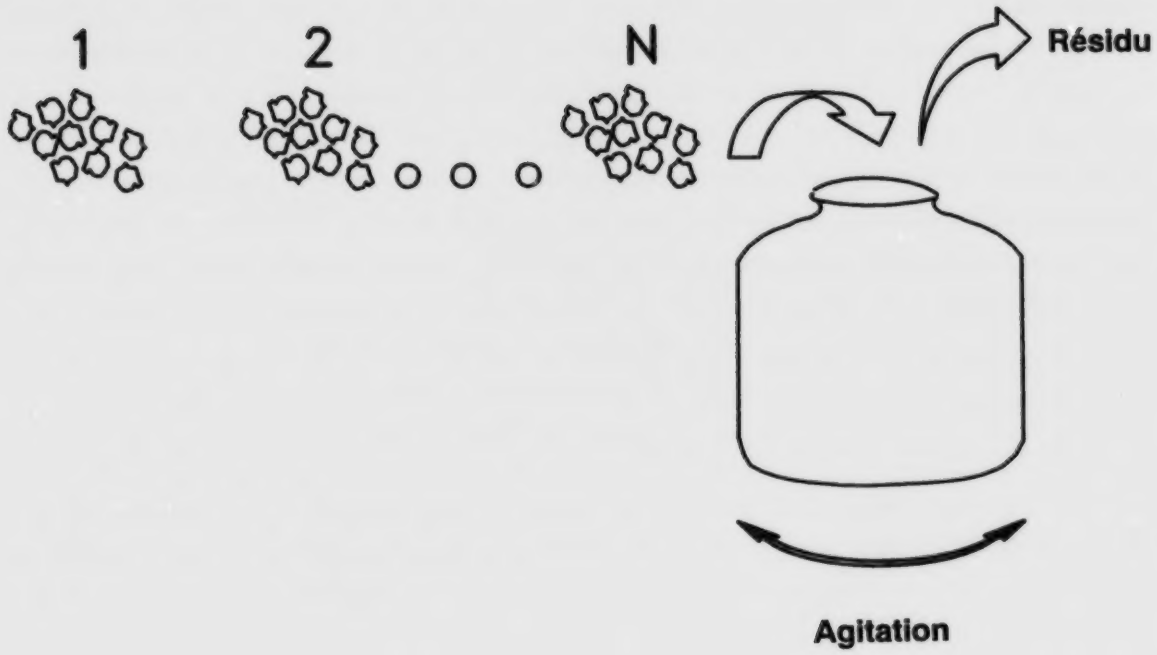


FIGURE 8 ESSAI D'ACCUMULATION DE LA CONCENTRATION (N échantillons de déchets)

mais de caractériser un lixiviat de déchets qui est saturé de constituants solubles. Dans certains cas, l'essai pourra simuler la composition réelle de l'eau interstitielle circulant à travers des déchets.

3.2 Essais dynamiques

Les essais dynamiques incluent tous les essais où la solution de lixiviation est renouvelée de façon constante ou de façon intermittente, afin de maintenir la force motrice de lixiviation. Les essais en mode intermittent peuvent être menés en alternant les périodes de lixiviation et les périodes d'arrêt de lixiviation, ce qui permet d'étudier les effets de la dessiccation ou de la mise en contact avec une solution de lixiviation non saturée.

Les essais dynamiques renseignent sur la cinétique de mobilisation des contaminants. L'information est générée en fonction du temps, et on tente habituellement de préserver l'intégralité structurale des déchets. Ces deux facteurs font

que cette catégorie d'essais se prête à l'étude de mécanismes de lixiviation plus complexes.

Les essais dynamiques peuvent être divisés à leur tour en quatre sous-catégories, selon la façon dont on définit l'interface entre les déchets et la solution de lixiviation. Les essais où on utilise les particules de déchets individuelles dans la définition de l'interface sont appelés essais sériels par lots. Pour les essais suivants, une caractéristique dimensionnelle du déchet est utilisée dans la définition de l'interface, notamment la surface géométrique extérieure ou la surface géométrique à angle droit avec la direction d'écoulement :

1) les essais par immersion;
2) les essais par élution;
3) les essais avec l'appareil de Soxhlet.

3.2.1 Essais sériels par lots. Les essais sériels par lots sont réalisés sur des échantillons de déchets granulaires ou de déchets monolithiques broyés, ces échantillons étant mélangés à la solution de lixiviation selon un rapport liquide-solide précis et durant une période de temps définie (figure 9). Le lixiviat est ensuite séparé des solides, puis il est remplacé par une solution de lixiviation fraîche, et ce, le nombre de fois désiré. Le mélange déchets-solution de lixiviation est habituellement agité de façon à améliorer le contact. Des données sur la cinétique de dissolution des contaminants sont obtenues en mesurant leur concentration dans les différents lixiviats obtenus. Les données dérivées d'essais sériels par lots peuvent être utilisées pour dresser un profil d'extraction, ce qui permet d'obtenir un aperçu de la libération des constituants lixiviables en fonction du temps.

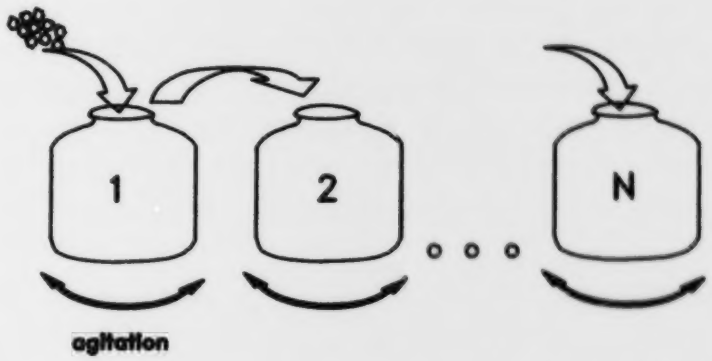


FIGURE 9 ESSAI SÉRIEL PAR LOTS (N élutions)

3.2.2 Essais par immersion. Dans les essais par immersion, un échantillon de déchets est placé dans un récipient de lixiviation et la circulation d'une solution de lixiviation fraîche autour du déchet constitue la force motrice de lixiviation. Le rapport liquide-solide est exprimé comme le volume de la solution de lixiviation, divisé par la surface de l'échantillon solide. Les échantillons sont habituellement monolithiques, même si des échantillons de déchets non monolithiques ou broyés peuvent être utilisés si on parvient à les contenir. Ces essais se font habituellement sans agitation. La circulation de la solution de lixiviation est soit continue (figure 10a), ce qui exige des prélèvements périodiques et leur analyse, ou intermittente (figure 10b). Cette dernière méthode est généralement plus simple du point de vue expérimental, mais le renouvellement de la solution de lixiviation doit être suffisamment fréquent pour éviter l'accumulation de substances contaminantes à l'interface déchets-solution de lixiviation, car cela pourrait nuire à la lixiviation.

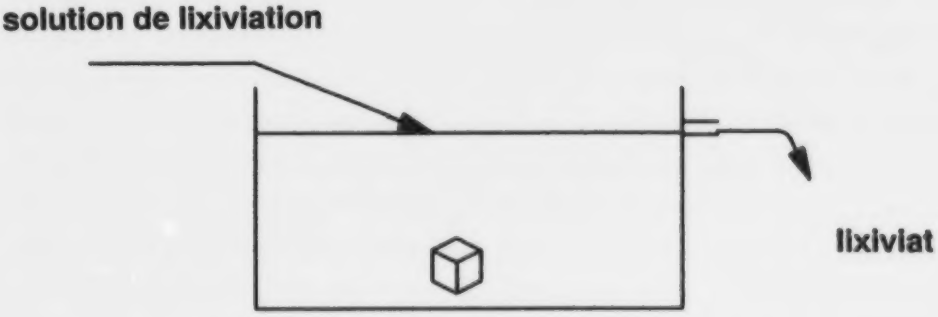
3.2.3 Essais par élution. Dans les essais par élution, un récipient ouvert est rempli d'un solide poreux à travers lequel circule une solution de lixiviation de façon continue ou intermittente. Des prélèvements de l'effluent sont effectués de façon périodique, et ils sont analysés relativement aux paramètres faisant l'objet de l'essai. Les résultats servent à analyser la lixiviation des contaminants pour lesquels le transport par advection constitue le mécanisme de transport dominant. Il existe en fait deux genres d'essais par élution, qui sont caractérisés par la forme et par la dimension du contenant utilisé :

1) les essais sur colonne, qui sont réalisés à l'aide d'un petit récipient de forme cylindrique (figure 11a);
2) les essais lysimétriques, qui sont effectués au moyen d'un grand récipient de forme rectangulaire ou cylindrique (figure 11b).

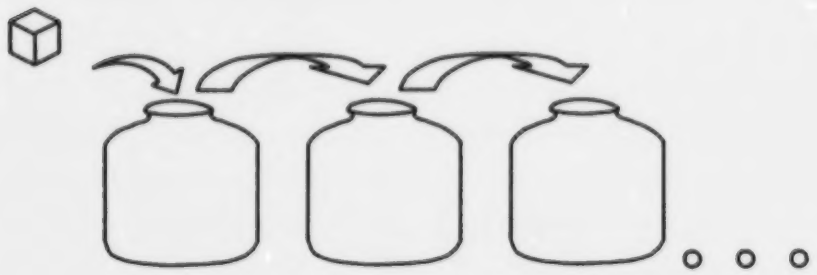
De façon générale, on utilise des échantillons de grandes dimensions dans les essais par élution, de façon à réduire au minimum les effets dus à l'hétérogénéité des échantillons et à la formation de canaux près de la paroi. La hauteur des déchets dans chacun de ces essais pourra varier selon les besoins de chaque expérience.

Dans les essais sur colonnes, la circulation de la solution de lixiviation peut se faire vers le haut ou vers le bas, alors que pour les essais lysimétriques, le liquide circule toujours vers le bas. L'élution dépend de la conductivité hydraulique des déchets, de même que du gradient hydraulique, et elle peut varier d'une expérience à l'autre.

Des mini-colonnes(2) peuvent être utilisées pour l'élution rapide d'espèces lixiviées. Puisque les pertes de pression peuvent être significatives et qu'une élution rapide est désirée, la solution de lixiviation est habituellement acheminée sous pression, à



a) Renouvellement continu de la solution de lixiviation

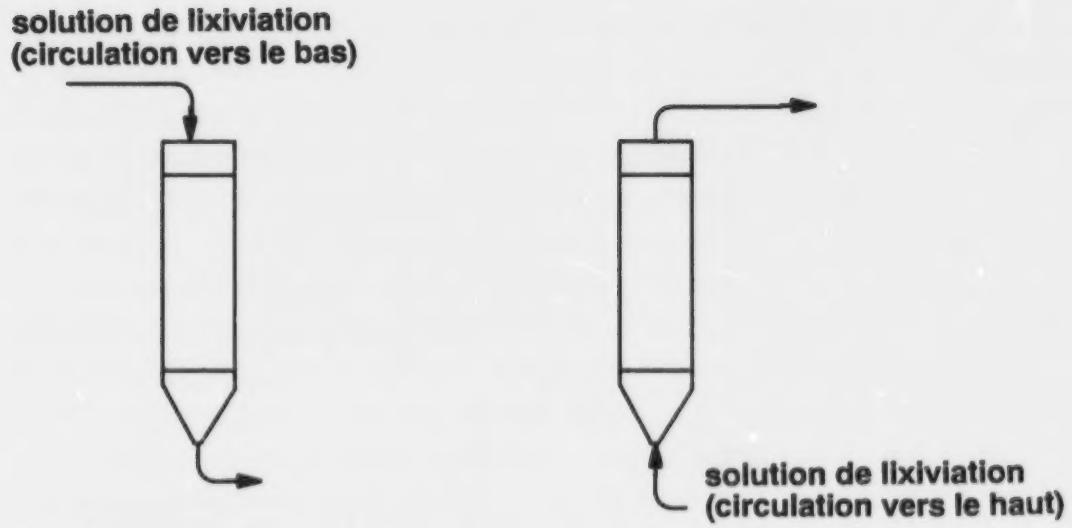


b) Renouvellement intermittent de la solution de lixiviation

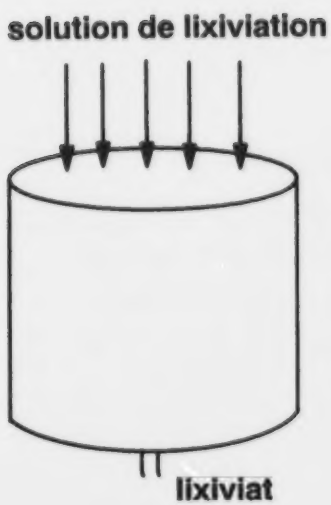
FIGURE 10 ESSAIS PAR IMMERSION

un débit constant. Les avantages des mini-colonnes incluent : 1) des rapports liquide-solide qui sont semblables à ceux présents dans les systèmes réels déchets-agent de lixiviation; 2) un débit moyen de valeur connue, facilement variable; 3) la faible dispersion ou dissipation axiale des corps dissous; 4) l'estimation facile des coefficients d'équilibre et des coefficients cinétiques; 5) l'automatisation, qui permet l'obtention rapide des données.

Lors des essais par élution, il faut tenter d'éviter la formation de canaux et le colmatage de la colonne par les particules fines et par les bactéries. Dans les essais lysimétriques, la formation de canaux ne peut être évitée. Toutefois, il s'agit d'un facteur observé sur le terrain, et il devrait être l'objet d'une modélisation en laboratoire. La biodégradation de substances organiques peut aussi constituer un problème lors de l'utilisation de colonnes même si, dans certains cas, les expériences sont conçues pour mesurer les effets de l'activité biologique. Les essais par élution peuvent être modifiés,



a) Colonnes



b) Lysimètre

FIGURE 11 ESSAIS PAR ÉLUTION

afin d'examiner d'autres influences observées sur le terrain, telles que la présence de végétation à la surface du contenant, ou les milieux constitués de plusieurs couches, notamment de déchets et de matières géologiques.

3.2.4 Essais avec l'appareil de Soxhlet. Les essais avec l'appareil de Soxhlet sont utilisés pour maintenir un contact constant entre un échantillon de déchets et une solution de lixiviation fraîche, sans ajout ou enlèvement de la solution de lixiviation (figure 12).

Ainsi, dans un essai avec l'appareil de Soxhlet, le volume de solution de lixiviation n'est pas renouvelé. De fait, l'échantillon demeure en contact continuel avec la solution de lixiviation, les constituants lixiviés étant extraits par évaporation et par condensation avant que la solution de lixiviation ne retourne à l'échantillon. L'objet de cet essai n'est pas d'obtenir des données sur la cinétique, mais de lixivier la plus grande quantité possible de constituants, de façon rapide et dans des conditions extrêmes. Dans un appareil de Soxhlet, la solution de lixiviation est portée à ébullition, elle se condense, puis elle recircule soit autour ou à travers l'échantillon de déchets, selon sa structure physique. L'essai avec l'appareil de Soxhlet assure le maintien d'un rapport liquide-solide très élevé, ce qui permet l'accumulation des constituants lixiviés, tout en contournant les limites de détection analytique. Cet essai ne permet que l'utilisation de solutions de lixiviation à faible point d'ébullition, et il ne se prête pas à l'étude d'espèces chimiques qui sont volatiles au point d'ébullition du lixiviat.

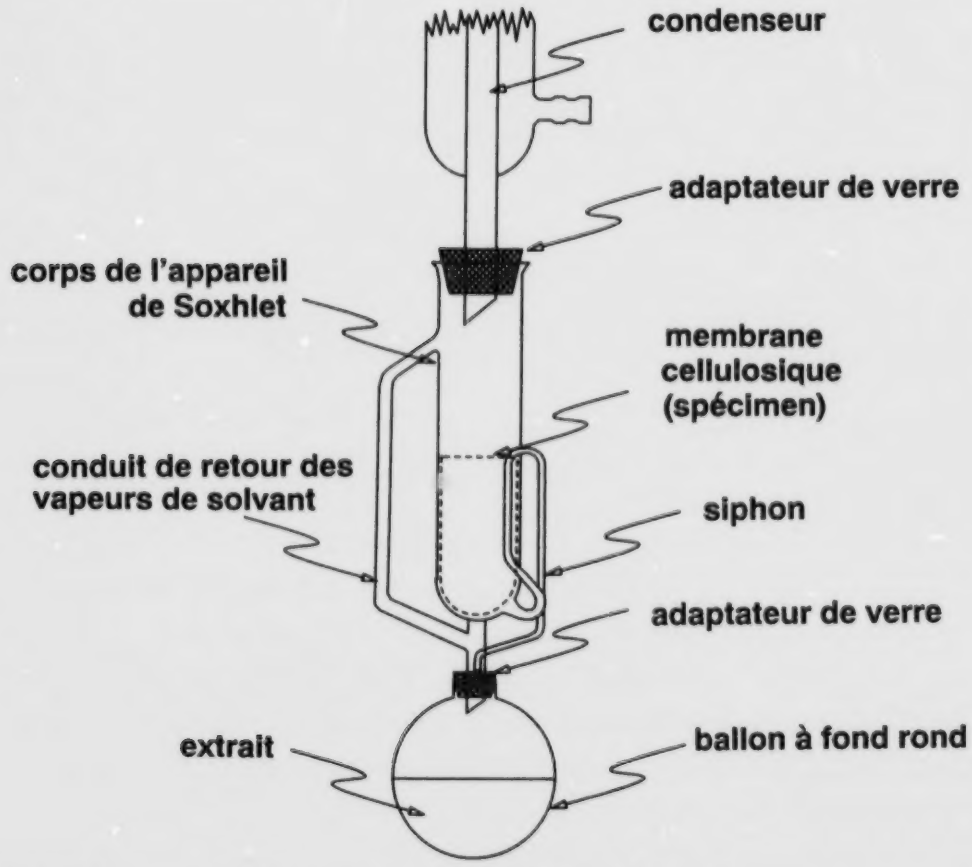


FIGURE 12 ESSAI AVEC L'APPAREIL DE SOXHLET

4 PRINCIPALES VARIABLES DES ESSAIS DE LIXIVIATION

Ce chapitre présente les sept variables expérimentales qui sont communes à tous les essais d'extraction et à tous les essais dynamiques :

- la préparation de l'échantillon;
- la composition de la solution de lixiviation;
- la méthode de mise en contact;
- le rapport liquide-solide;
- le temps de contact;
- la température;
- la séparation du lixiviat.

Cette discussion peut venir en aide au lecteur qui désire concevoir un essai de lixiviation en vue d'exigences précises ou qui aimerait choisir un essai de lixiviation parmi les méthodes décrites au chapitre 5.

4.1 Préparation de l'échantillon

Selon la nature des déchets et de l'essai à réaliser, l'échantillon pourra exiger l'une des étapes préparatoires suivantes :

- une séparation liquide-solide;
- un sous-échantillonnage;
- une réduction des dimensions particulaires;
- un lavage de la surface;
- un compactage;
- un traitement de conservation;
- un traitement de maturation;
- un traitement de vieillissement.

La séparation liquide-solide est réalisée lorsque les déchets présentent une phase liquide libre. L'essai de lixiviation porte alors uniquement sur la partie solide des déchets. La phase liquide libre constitue le lixiviat initial, et elle peut être analysée séparément, pour permettre la détermination des concentrations dans l'eau interstitielle, ou elle peut être ajoutée au lixiviat final. La séparation liquide-solide est réalisée au moyen de diverses méthodes, incluant la sédimentation et la décantation, la centrifugation et la filtration sous pression à travers divers milieux.

Le sous-échantillonnage est nécessaire lorsque différents essais ou des essais répétés doivent être effectués sur un même échantillon de déchets. Les échantillons de déchets doivent être bien mélangés préalablement au sous-échantillonnage.

La réduction des dimensions particulaires est requise dans la plupart des essais d'extraction. L'objet est de réduire le temps nécessaire à l'atteinte de l'état d'équilibre, en augmentant la surface de contact entre le déchet et la solution de lixiviation. Toutefois, il faut chercher à éviter la perte de composants volatils s'ils sont significatifs relativement à la composition du lixiviat. La réduction des dimensions particulaires est habituellement accomplie par broyage (p. ex. mortier et pilon ou broyeur centrifuge). Pour prévenir la contamination, qui augmente en fonction de la dureté du matériel à broyer, il est recommandé d'utiliser du carbure de tungstène comme matériau de broyage.

Le lavage de la surface peut être effectué avant un essai par immersion portant sur des petits échantillons monolithiques. La surface est lavée en plongeant rapidement l'échantillon dans une solution aqueuse, ce qui enlève les particules détachables et les sels solubles.

Le compactage ou le remoulage est souvent nécessaire pour les essais par élution. Des considérations relatives à la reproductibilité et à la simulation des conditions sur le terrain peuvent exiger que l'échantillon soit compacté à une densité précise, à l'aide de vibrations, de la méthode Proctor ou de la méthode Proctor modifiée.

Un traitement de conservation de l'échantillon est utilisé pour empêcher l'activité biologique. Cela est davantage un problème lors des essais de longue durée, notamment des essais sur colonne. Divers traitements chimiques sont disponibles, incluant l'utilisation d'azide de sodium; toutefois, aucun d'entre eux n'est complètement efficace.

Un traitement de maturation peut être requis pour les échantillons de déchets qui ont été transformés en une masse solidifiée par divers additifs chimiques, notamment le ciment Portland. Un tel traitement confère certaines propriétés physiques et mécaniques à l'échantillon de déchets, comme une grande résistance à la compression sans étreinte latérale ou une perméabilité réduite, qui sont considérées comme importantes dans la diminution de la susceptibilité à la lixiviation. Le traitement de maturation déclenche diverses réactions chimiques au sein des déchets, même si ce terme s'applique habituellement à l'hydratation du ciment.

Tous les genres d'échantillons de déchets peuvent être soumis à un traitement de vieillissement, afin de reproduire les modifications physiques, chimiques et biologiques

que peuvent subir les déchets sur le terrain. Par exemple, il est possible, avant d'entreprendre un essai de lixiviation, de vieillir des sédiments dragués dans un environnement anoxique en les incubant dans un milieu comportant de l'oxygène.

4.2 Composition de la solution de lixiviation

La libération des substances contaminantes lors d'un essai de lixiviation pourra être fortement influencée par la composition de la solution de lixiviation (tout particulièrement en présence d'un rapport liquide-solide élevé) ou par l'utilisation d'une solution très agressive. Les propriétés chimiques d'un agent de lixiviation qui ont une influence sur la mobilisation des contaminants sont indiquées au tableau 3. Trois agents de lixiviation courants sont donnés en exemple au tableau 4, soit l'eau, le liquide spécifique au terrain et les solutions chimiques. Certains avantages et désavantages associés à ces agents de lixiviation sont énoncés au tableau 5.

4.3 Méthode de mise en contact

Puisqu'un essai de lixiviation est avant tout un système permettant l'étude du transfert des contaminants qui cheminent des déchets vers un liquide, il est important de :

1) s'attarder aux conditions d'essai, notamment l'agitation, qui stimulent le transfert de masse;

TABLEAU 3 FACTEURS IMPORTANTS DE LA COMPOSITION DE LA SOLUTION DE LIXIVIATION

Facteur	Mécanisme de libération qui est touché
pH	Dissolution/précipitation des métaux; spéciation des espèces chimiques inorganiques Adsorption/désorption des produits organiques
Eh, potentiel d'oxydoréduction	Oxydation/réduction des espèces chimiques inorganiques
Force ionique	Échange ionique des métaux, chimie de la spéciation, produits de solubilité
Agents chélateurs et agents séquestrants	Solubilité des métaux
Pouvoir tampon	Toutes les propriétés susmentionnées

TABLEAU 4 SOLUTIONS DE LIXIVIATION D'USAGE COURANT

Solution de lixiviation	Usages courants	Exemples
Eau	Agent non agressif, milieu de base sans pouvoir tampon	Eau distillée, eau désionisée(3) et eau du robinet
Liquide spécifique au terrain (réel ou synthétique)	Simule les conditions de lixiviation sur le terrain	Eau pluviale(4), eau souterraine(5), eau de surface, lixiviat de décharge(6), eau de mer
Solution chimique	Permet d'examiner la spéciation des métaux et la fixation des composés organiques	Solutions chimiques très fortes (solutions acides, basiques, réductrices, oxydantes et séquestrantes, solvants, etc.)

TABLEAU 5 AVANTAGES ET DÉSAVANTAGES DE SOLUTIONS DE LIXIVIATION D'USAGE COURANT

Solution de lixiviation	Avantages	Désavantages
Eau pure	Liquide usuel, fiable Le déchet établit l'environnement chimique.	La neutralité de la solution permet la dissolution d'ions communs.
Liquide spécifique au terrain	Meilleur modèle des conditions sur le terrain Plusieurs liquides synthétiques sont disponibles.	Le liquide doit être caractérisé (les données de lixiviation sont obtenues par soustraction). Les résultats ne peuvent être comparés à ceux d'autres études. Exige beaucoup de main-d'oeuvre (échantillonnage et conservation).
Solution chimique	Permet l'étude de la chimie des déchets	Pour ces liquides agressifs, le lien entre les données et les conditions sur le terrain est difficile à établir.

2) d'examiner l'effet des transferts de masse avec les autres composants du système, par exemple le récipient de lixiviation et l'atmosphère.

L'agitation de la solution de lixiviation et des déchets permet l'atteinte plus rapide d'un état d'équilibre, grâce au maintien de gradients de concentration optimums à l'interface solution de lixiviation-déchets particulaires. Différentes méthodes peuvent être utilisées pour agiter les déchets :

- un agitateur à mouvement hélicoïdal ou à va-et-vient;
- un mélangeur à barre magnétique ou un mélangeur à ailettes;
- un culbuteur;
- le barbotage.

Dans les essais statiques, sans agitation, l'interface entre la solution de lixiviation et les déchets correspond habituellement à la surface géométrique des déchets solidifiés. L'agitation n'est pas utilisée parce que la diffusion des constituants lixiviés à travers le lixiviat est plus rapide que le taux de libération, qui est associé à des mécanismes tels que la dissolution en surface ou la diffusion à partir de l'intérieur des déchets. Toutefois, il est important de bien mélanger le lixiviat avant l'échantillonnage.

Il peut être utile d'identifier et de quantifier tous les échanges d'espèces chimiques, et non seulement ceux qui ont lieu entre les déchets et la solution de lixiviation. Les échanges entre la solution de lixiviation et le récipient de lixiviation sont toujours indésirables, alors que l'importance des échanges avec l'atmosphère dépendra en grande partie des objectifs de l'essai.

De façon à réduire au minimum les échanges avec le récipient de lixiviation, il est recommandé d'utiliser du verre ou de l'acier inoxydable pour les contaminants organiques et du plastique pour les contaminants inorganiques. Si cela n'entraîne pas des coûts trop élevés, le polytétrafluoroéthylène est considéré comme acceptable pour ces deux genres de contaminants. Pour mesurer la masse des constituants qui adhèrent à la paroi d'un récipient, il suffit de procéder à une extraction du récipient vide avec un solvant puissant.

Le système d'essai peut être exposé ou non à l'atmosphère. Cela dépendra de la situation de lixiviation en cause. Par exemple, un système fermé simule mieux l'action d'une eau souterraine saturée, alors que les systèmes ouverts imitent mieux l'écoulement acide provenant d'une mine et les environnements d'élimination non saturés.

Un système ouvert facilite le prélèvement d'échantillons, le renouvellement de la solution de lixiviation et l'ajustement périodique ou continu du pH ou du potentiel

d'oxydoréduction. Toutefois, un système qui est exposé à l'atmosphère permet l'échappement des composés volatils, tels que l'eau et les composés organiques, et la dissolution de CO_2 et de O_2. Les pertes dues à l'évaporation doivent aussi être prises en considération dans les systèmes ouverts.

Plusieurs montages aident à prévenir la perte de contaminants volatils. S'il n'y a pas d'espace mort dans le récipient de lixiviation, les composés volatils se retrouveront dans la phase solide ou dans le lixiviat. S'il y a un espace mort, les composés volatils se répartiront dans la phase gazeuse. L'analyse de l'espace mort permettra d'évaluer cette perte.

Même pour les expériences effectuées avec des récipients clos et dans des conditions contrôlées, la pénétration de gaz à travers la paroi de contenants de plastique pourra exercer un effet significatif, tout particulièrement lors d'essais de longue durée.

4.4 Rapport liquide-solide

Le rapport liquide-solide correspond au coefficient défini par la quantité de solution de lixiviation qui entre en contact avec les déchets et la quantité de déchets devant être lixiviée. Même si cet énoncé semble clair au premier coup d'oeil, il peut porter à confusion à cause des nombreuses façons dont peuvent être définies ces deux variables :

Le rapport liquide-solide peut être exprimé comme :

1) volume de la solution de lixiviation/masse des déchets;
2) masse de la solution de lixiviation/masse des déchets;
3) volume de la solution de lixiviation/surface des déchets (pour les déchets monolithiques).

En outre, lorsque les formules 1) et 2) sont utilisées, la masse des déchets qui est lixiviée peut être évaluée à partir du poids humide ou du poids sec. Un autre problème survient, en raison des différentes façons dont peuvent être calculés le volume ou la masse de la solution de lixiviation, relativement à l'inclusion ou non de la phase liquide du déchet dans le volume total de la solution de lixiviation.

La figure 13 illustre la façon dont on arrive à divers rapports liquide-solide pour le même système en fonction de la mesure utilisée pour la quantité de déchets et de solution de lixiviation. Les trois fractions identifiées à la figure 13 correspondent à la quantité de solution de lixiviation, à la phase liquide des déchets et à la phase solide des déchets.

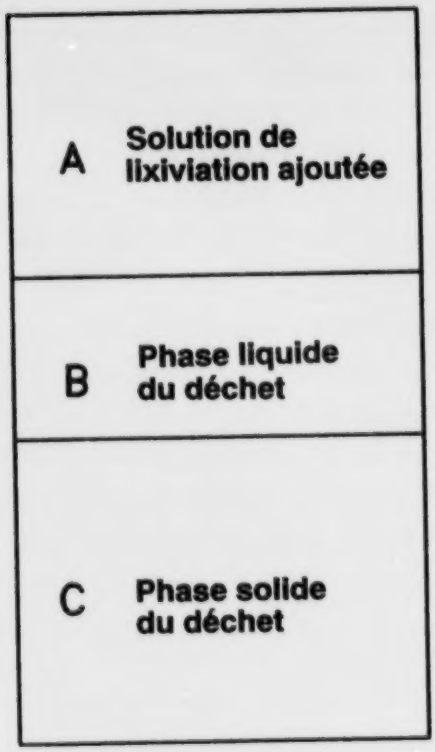


FIGURE 13 FRACTIONS LIQUIDES ET SOLIDES DU SYSTÈMES DÉCHETS-SOLUTION DE LIXIVIATION

Si les déchets sont secs, le rapport liquide-solide est égal à A/C. Toutefois, si les déchets sont humides, on peut définir le rapport liquide-solide de trois façons :

1) les déchets correspondent à la somme des phases liquide et solide, donc le rapport liquide-solide = A/(B+C);
2) la solution de lixiviation correspond à la somme de la quantité de solution de lixiviation et de la phase liquide des déchets, donc le rapport liquide-solide = (A+B)/C;
3) la phase liquide des déchets est exclue des calculs, et les déchets ne correspondent qu'à la phase solide, donc le rapport liquide-solide = A/C.

La concentration des espèces très solubles dans le lixiviat (p. ex. sodium, potassium) est inversement proportionnelle au rapport liquide-solide lorsque toutes les espèces sont extraites des déchets. Toutefois, si la libération de certaines espèces est

limitée par leur solubilité, leur concentration finale ne dépend pas du rapport liquide-solide, et elle est simplement égale au coefficient de solubilité maximum. Règle générale, la concentration d'un constituant dans le lixiviat sera influencée par un certain nombre de facteurs concurrents : la quantité de substance contaminante disponible, la solubilité et la cinétique des réactions chimiques. En conséquence, il existe une relation complexe entre le rapport liquide-solide et la concentration, qui diffère selon l'espèce chimique en cause.

Le choix d'un rapport liquide-solide approprié dépend des objectifs de l'essai de lixiviation, de la solubilité des espèces présentes et des contraintes analytiques. Le rapport doit correspondre à une valeur suffisamment basse, pour ne pas entraîner la dilution des contaminants à un seuil tel qu'il est impossible de les détecter de façon analytique. D'un autre côté, le rapport doit correspondre à une valeur suffisamment élevée, de façon à ne pas imposer de contraintes de solubilisation, ce qui limiterait la quantité de contaminants pouvant être lixiviée des déchets. Le rapport doit toujours être établi en tenant compte de ces deux facteurs. En pratique, la rapport liquide-solide varie entre 1:1 et 100:1.

4.5 Temps de contact

Le temps total durant lequel une solution de lixiviation demeure en contact avec un échantillon de déchets, avant l'établissement d'un état d'équilibre, a une influence sur la quantité de substance contaminante qui est libérée. Dans les essais d'extraction, le temps de contact est égal à la durée de l'essai; quant aux essais dynamiques, le temps de contact est fonction du débit, ou du nombre d'élutions, de même que de la durée de l'essai.

Le temps de contact pour les essais d'extraction doit être suffisant pour permettre l'atteinte d'un état d'équilibre pour ce qui est des substances contaminantes faisant l'objet de l'essai. Dans le cas des échantillons ayant subi une réduction des dimensions particulaires, le temps de contact varie de quelques heures à plusieurs jours. Pour les échantillons monolithiques, il est plutôt question de semaines et de mois.

Le temps de contact dans les essais dynamiques doit être suffisamment long pour permettre l'observation des processus pertinents. Les processus de diffusion peuvent être quantifiés après quelques semaines, même si plusieurs mois peuvent être requis pour l'étude des réactions chimiques très lentes.

4.6 Température

La température a un effet sur les résultats des essais d'extraction et des essais dynamiques. Tant la relation de van't Hoff, qui concerne les constantes d'équilibre thermodynamique et les produits de solubilité, que la relation d'Arrhenius, qui s'applique aux processus cinétiques tels que la désorption et la diffusion, démontrent que les propriétés ou les mécanismes de lixiviation varient de façon exponentielle selon la température.

Pour des raisons pratiques, la plupart des essais de lixiviation sont effectués à température ambiante. Des températures plus élevées peuvent être utilisées pour accroître le taux de lixiviation, bien que cela puisse modifier les propriétés des déchets, ou pour simuler les effets de l'activité biologique dans les décharges ou l'auto-échauffement des déchets radioactifs. Le tableau 6 donne un aperçu des températures moyennes observées à divers sites d'élimination.

TABLEAU 6 TEMPÉRATURES MOYENNES OBSERVÉES À DIVERS SITES D'ÉLIMINATION

Processus d'élimination	Écart de température
Eaux captées par endiguement	Température ambiante (c.-à-d. inférieure ou supérieure au point de congélation)
Décharge municipale/site de coélimination	10 °C à 45 °C
Puits profond, injection dans des hydrofractions	8 °C à 15 °C
Décharge de déchets dangereux, type de déchets unique	Supérieure au point de congélation (après fermeture)
Utilisation	Température ambiante

4.7 Séparation du lixiviat

Après la période d'agitation, les lixiviats sont habituellement séparés des déchets monolithiques au moyen d'une membrane filtrante de 0,45 micromètre (convention définissant les espèces solubles). Toutefois, il existe de très petites particules, appelées colloïdes, qui se déplacent par advection en même temps que l'eau souterraine,

et qui peuvent transporter des substances contaminantes adsorbées. Un filtre avec des pores plus petits devra être utilisé lorsqu'il est important de retenir ces particules.

Les filtres de fibre de verre sont indiqués lorsqu'on soupçonne la présence de molécules organiques hydrophobes, faiblement solubles dans le lixiviat, car leur affinité pour les filtres de polymères organiques peut être très élevée. Des membranes filtrantes d'acétate de cellulose devraient remplacer les filtres de fibre de verre dans le cas d'espèces métalliques. Il est important de choisir le filtre avec la même attention que celle utilisée pour sélectionner le récipient de lixiviation.

En l'absence d'agitation, il n'est pas nécessaire de filtrer le lixiviat d'échantillons monolithiques si la méthode de contact n'entraîne que la libération d'espèces solubles. Cela doit faire l'objet d'une vérification avant le début de l'échantillonnage.

5 MÉTHODES D'ESSAI DE LIXIVIATION

Ce chapitre présente les méthodes courantes d'essai de lixiviation. Sa structure est semblable à celle du chapitre 3, dans lequel les essais ont été classifiés et décrits de façon générale. Le présent chapitre introduit un bref historique de chaque méthode, décrit son but, ainsi que toute caractéristique notable. Le sommaire des variables expérimentales et les références afférentes sont présentés sous forme de tableau. Des références additionnelles pour chaque genre d'essais sont énumérées dans la bibliographie.

Les méthodes choisies satisfont à un ou plusieurs des critères suivants :

- la méthode est parrainée par un organisme reconnu;
- la méthode constitue une norme volontaire ou de réglementation;
- la méthode est diffusée publiquement;
- des résultats représentatifs ont fait l'objet de publications.

5.1 Essais d'extraction

5.1.1 Essais d'extraction avec agitation (tableau 7)

La méthode d'extraction et d'essai de toxicité (méthode 1310) de l'EPA. La méthode intitulée "Extraction Procedure Toxicity Test (EP Tox)" a été promulguée en 1980, conformément à la Resource Conservation and Recovery Act (RCRA); cette méthode doit permettre d'établir, à partir de la concentration maximale admissible de huit métaux, de quatre pesticides et de deux herbicides, si certains déchets sont dangereux ou non. Cet essai est basé sur un scénario de mauvaise gestion de la coélimination de déchets inorganiques (95 % d'ordures ménagères/5 % de déchets industriels). Ce procédé exige un essai d'intégralité de la structure des échantillons de déchets monolithiques et l'ajustement intermittent du pH.

La promulgation de cette méthode par la United States Environmental Protection Agency (U.S. EPA) a donné naissance à l'élaboration de toute une famille de méthodes semblables, dont les méthodes "Toxicity Characteristics Leaching Procedure (TLCP)", "Leachate Extraction Procedure (LEP)", la méthode de lixiviation d'Environnement Québec, et la méthode intitulée "California Waste Extraction Test (WET)".

La méthode du ministère de l'environnement de l'Ontario. La méthode intitulée "Leachate Extraction Procedure (LEP)" constitue l'essai d'extraction de réglementation dans la

TABLEAU 7 ESSAIS D'EXTRACTION PAR AGITATION

Nom de l'essai et auteur	Contexte d'élaboration	Récipient de lixiviation	Préparation des échantillons	Masse des échantillons	Solution de lixiviation	Rapport liquide-solide	Agitation	Durée	Séparation du lixiviat
EP Tox(7) U.S. EPA Méthode 1310	Méthode normalisée de réglementation (1980)	Non précisé	Déchets non monolithiques : séparation des phases. Déchets monolithiques : réduction des dimensions particulaires	100 g	Eau désionisée Acide acétique 0,5 N (max. 2,0 méq H^+/g de solide)	20:1	Non précisée, continue	24 à 28 h	Filtration sur membrane de 0,45 µm
LEP(8) Ministère de l'Environnement (Ontario)	Méthode normalisée de réglementation (1985)	Bouteille cylindrique, 1 250 mL, ouverture large	Séparation des phases sur membrane filtrante de 0,45 micron	50 g de solides secs	Eau distillée Acide acétique 2,0 méq H^+/g de solides secs)	20:1	Culbutage (10 tours/min)	24 h	Filtration sur membrane de 0,45 µm
TCLP(9) U.S. EPA Méthode 1311	Méthode normalisée (1986)	Tout matériau compatible avec le déchet, extracteur sans espace vide pour composés volatils	Découpage/ broyage et concassage. Séparation des phases solide et liquide. Pas d'intégralité de la structure	100 g (25 g avec extracteur sans espace vide)	Tampon acide acétique 1) pH = 4,93 2) pH = 2,88	20:1	Culbutage (30 tours/min)	18 h	Filtre de verre de boro-silicate, 0,6 à 0,8 µm, combine la phase liquide avec l'extrait
R.R.Q.(10) Ministère de l'Environnement (Québec)	Méthode normalisée de réglementation (1987)	Bouteille de plus d'un litre	Pas de séparation des phases Broyage Pas d'intégralité de la structure	100 g de solides secs 30 g de composés volatils	Produits inorganiques : tampon acide acétique (0,82 méq H^+/g) Solides secs Produits organiques : eau distillée	10:1	Culbutage (10 à 20 tours/min)	24 h	30 min de décantation, filtration sur membrane de 0,45 µm
WET(11) Californie	Méthode normalisée de réglementation (1985)	Récipient de verre ou de polyéthylène	Broyage, filtra-filtration sur membrane de 0,45 micron	50 g	Citrate de sodium 0,2 M, pH 5,0	10:1	Agitateur à mouvement alternatif Extracteur rotatif	48 h	Centrifugation, filtration sur membrane de 0,45 µm
Essai de lixiviation français (12) Agence française de normalisation	Norme proposée pour les déchets dangereux (1987)	Bouteille de 1,5 L, à paroi droite	Enlèvement du liquide libre Réduction des dimensions particulaires à moins de 9,5 mm	100 g	Eau déminéralisée	10:1	Mélangeur ou agitateur	16 h	Filtration sur membrane de 0,45 µm
EE(13) Environnement Canada	Méthode de recherche publiée	Produits inorganiques : bouteille de plastique à ouverture large (250 mL). Produits organiques : récipient de verre (500 mL)	Broyage (produits inorganiques) Mortier et pilon (produits organiques)	Produits inorganiques : 40 g Produits organiques : 80 g	Eau distillée	4:1	Extracteur rotatif du National Bureau of Standards	7 j	Filtration par le vide sur tamis de 0,45 µm
ASTM D3987(14) ASTM	Méthode de recherche normalisée	Bouteille circulaire à ouverture large	Tel que reçu	700 g	Eau distillée (ASTM Type IV)	4:1	Agitateur	48 h	Filtration sur membrane de 0,45 µm
MLLM(15) Environnement Canada	Méthode de recherche publiée	Bouteille carrée de de polyéthylène ou de verre, 1 à 2 L	Enlèvement du liquide libre Réduction des dimensions particulaires à moins de 9,5 mm	Variable, pour remplir 90 % du volume de la bouteille	Eau distillée Tampon aqueux acide pH 4,5 Lixiviat synthétique	4:1 ou 2:1	Basculement rotatif lent	24 h	Filtration sur membrane de 0,45 µm
MCC-35(16) Materials Characterization Center	Méthode normalisée de réglementation (déchets radioactifs)	Récipient de téflon, 20 mL à 1 L	Broyer les déchets solidifiés en deux fractions : 74 à 149 microns, 180 à 425 microns	Supérieure à 1 g	Eau ultrapure, eau silicieuse, saumure, eau du site d'élimination	10:1	Agitation en douceur	Variable : 28 j à plusieurs années	Non disponible

province de l'Ontario, au Canada. Cette méthode a été promulguée en 1985, en vertu du Règlement 309 de la Loi sur la protection de l'environnement de l'Ontario. Seuls quelques changements mineurs ont été apportés à la méthode 1310 de l'EPA dans l'élaboration de cet essai. La norme provisoire de l'Office des normes générales du Canada (ONGC), intitulée "Méthode de lixiviation", est identique à l'essai ontarien, et elle a été adoptée par les provinces de la Colombie-Britannique, de l'Alberta et du Manitoba. Les petites différences entre l'essai d'Environnement Ontario et l'essai de l'EPA n'engendrent qu'un seul changement significatif : dans le cas de déchets traités à la chaux, qui sont caractérisés par une forte teneur en humidité et peu de liquide libre, le pH de l'extrait final est plus élevé avec l'utilisation de l'essai ontarien, ce qui réduit la dissolution de certains métaux.

La méthode de lixiviation et de détermination des caractéristiques de toxicité (méthode 1311) de l'EPA. La méthode intitulée "Toxicity Characteristics Leaching Procedure (TCLP)" a été élaborée en 1984, conformément au Hazardous and Solid Waste Amendments de la RCRA. Elle a été promulguée en 1986, en vertu du Hazardous Waste Management System Land Disposal Restrictions, et la U.S. EPA prévoit décréter son utilisation en remplacement de la méthode 1310, dans la détermination du danger que présentent certaines substances. La méthode 1311 suit la méthode 1310, et elle inclut les modifications suivantes. L'échappement des produits volatils dans l'atmosphère est éliminé grâce à l'utilisation d'un récipient de lixiviation modifié, un extracteur sans espace vide. Deux solutions de lixiviation sont utilisées dans le procédé. Pour les déchets fortement alcalins, une solution d'acide acétique est employée (pH = 2,88); pour les autres déchets, l'utilisation d'une solution de lixiviation tamponnée (pH = 4,93) élimine le besoin d'un ajustement continu du pH. Dans les deux cas, la quantité maximale d'acide demeure la même, soit 2 méq/g de déchets. La vérification de l'intégralité de la structure d'échantillons monolithiques n'est pas nécessaire, et tous les déchets doivent être broyés de façon à ce que les dimensions particulaires soient inférieures à 9,5 mm. Comparée à la méthode 1310, la méthode 1311 accroît d'une relation d'ordre décimal le nombre de produits organiques analysés. D'autres modifications de l'équipement et des spécifications ont été apportées, de façon à améliorer la reproductibilité et à réduire la contamination. Tous ces changements n'ont engendré qu'une légère élévation de la concentration de métaux dans les lixiviats.

La méthode 1312 de l'EPA, une variante de la méthode 1311, utilise une solution de pluies acides synthétiques; cette méthode a été mise au point en 1988 par la

U.S. EPA, pour permettre l'évaluation de l'impact de sols contaminés sur les eaux souterraines.

La méthode de lixiviation du Québec (R.R.Q., c. Q-2, r. 12.1). La méthode indiquée dans le Règlement sur les déchets dangereux est l'essai de réglementation dans la province de Québec, au Canada. Elle a été élaborée en 1980, puis promulguée en 1985, sans d'autre provision en ce qui a trait aux produits organiques. En 1987, elle a été incluse dans la Procédure d'évaluation des caractéristiques des déchets solides et des boues pompables. Lors de son développement, on s'est reporté aux méthodes 1310 et 1311 de l'EPA, et cet essai ressemble beaucoup à cette dernière. Par contre, cette méthode n'exige pas de séparation des phases, et la partie liquide du déchet est incorporée au fluide d'extraction ou à la solution de lixiviation. De plus, seule l'eau distillée est utilisée comme solution de lixiviation des produits organiques.

La méthode d'essai d'extraction des déchets de la Californie (WET). D'abord introduite en 1984, la méthode intitulée "California Waste Extraction Test (WET)" fait partie d'un ensemble de mesures législatives rattachées à l'identification des déchets dangereux et des déchets très dangereux. Cet essai est utilisé pour déterminer la quantité de substances contaminantes extractibles de déchets, substances qui ont été identifiées comme étant dangereuses selon le critère Persistent and Bioaccumulative Toxic Substances (critère relatif aux substances toxiques persistantes s'accumulant dans les organismes vivants). Cet essai ressemble beaucoup à la méthode 1310 de l'EPA; toutefois, l'addition de citrate de sodium dans la solution de lixiviation, à titre d'agent chélateur, rend cet essai plus agressif vis-à-vis de certains déchets ou composants de ceux-ci.

L'essai de lixiviation français. La méthode française constitue un essai de lixiviation normalisé de réglementation; cet essai est utilisé pour identifier, dans des conditions strictement contrôlées, la fraction soluble de déchets solides lorsqu'ils sont mis en suspension dans une solution aqueuse. Cet essai ne permet pas d'analyser l'impact environnemental ou d'évaluer des technologies de traitement, comme la solidification. Il vise l'analyse de solides, de pâtes et de particules.

La méthode ASTM D3987. L'essai D3987 a été normalisé par l'American Society for Testing and Materials (ASTM) en 1981; une version révisée a été publiée en 1985. Il constitue toujours l'un des essais de base pour l'extraction avec agitation par lot unique; toutefois, plusieurs modifications ont été proposées ou mises au point. Cet essai se veut avant tout un procédé d'extraction normalisé et rapide, qui peut être utilisé par

l'industrie, et il n'a pas été conçu pour simuler les conditions spécifiques au terrain. Le pH final du lixiviat tient de l'interaction entre la solution de lixiviation et le pouvoir tampon des déchets. Cet essai n'a pas encore été validé pour les déchets organiques.

La méthode d'extraction à l'équilibre (EE). La méthode d'extraction à l'équilibre (EE) a été publiée pour la première fois par Environnement Canada en 1986. Elle s'appuie sur l'essai ASTM D3987. Cet essai repose sur l'utilisation d'eau distillée et d'un rapport liquide-solide de faible valeur, de façon à ce que les déchets puissent engendrer l'environnement chimique. De plus, la longue durée de l'essai (7 jours), ainsi que la réduction des dimensions particulaires (tamis de 100 mailles par pouce linéaire) augmentent la probabilité de l'atteinte d'un état d'équilibre dans le lixiviat. Le procédé est mené de façon séparée pour les déchets organiques et les déchets inorganiques, en utilisant des récipients et des méthodes de broyage appropriés.

La méthode de lessivage par lots multiples. La méthode de lessivage par lots multiples (MLLM) s'appuie sur des expériences menées au Centre technique des eaux usées d'Environnement Canada, entre 1980 et 1986. Cette batterie d'essais permet la comparaison de déchets, par la mesure du changement de susceptibilité à la lixiviation sous différentes conditions d'essai. Des élutions uniques sont effectuées, sous diverses conditions expérimentales, c'est-à-dire l'utilisation de deux rapports liquide-solide, de même que de trois solutions de lixiviation. Deux des extractions sont semblables à la méthode 1310 de l'EPA, les différences étant l'addition d'une quantité moindre d'acide et l'absence d'une étape de séparation des phases.

La méthode MCC-3. L'essai d'extraction de poudres par agitation (MCC-3) du Materials Characterization Center (MCC) est un des éléments d'une série de méthodes d'essais qui ont été mises au point pour l'évaluation de la résistance chimique de déchets radioactifs solidifiés. Cet essai sert à déterminer la concentration maximale d'éléments en solution sous des conditions d'équilibre dynamique. Il est basé sur l'utilisation d'échantillons broyés de déchets solidifiés monolithiques. L'objet de l'essai est semblable à celui des essais MCC-1 et MCC-2, qui sont utilisés dans la mise à l'essai d'échantillons monolithiques; toutefois, l'accroissement de la surface exposée à la solution de lixiviation rend cet essai plus rapide. Pour obtenir des données sur la cinétique du procédé, il faut utiliser autant de systèmes de lixiviation (spécimen pulvérisé, récipient, solution de lixiviation) qu'il y a de points sur la courbe.

5.1.2 Essais d'extraction sans agitation (tableau 8)

Les méthodes MCC-1 et MCC-2. Ces deux essais de la série mise au point par le Materials Characterization Center (MCC) ont pour objet de comparer les caractéristiques de lixiviation de déchets qui ont été solidifiés à l'aide de différentes méthodes. Ils ont été conçus tant pour l'évaluation rapide que pour la compréhension du comportement à long terme de déchets solidifiés. Malgré tout, ces essais ne permettent pas de prédire ce qui se produira effectivement sur le terrain. Ils sont utilisés sur des déchets monolithiques de produits inorganiques hautement radioactifs, qui sont solidifiés à l'aide de verre, de ciment et de céramique cristalline. L'essai MCC-1 est réalisé à une

TABLEAU 8 MÉTHODES D'ESSAI D'EXTRACTION SANS AGITATION

Nom de l'essai :	MCC-1(17) : "Static Leach Test Method" MCC-2(18) : "High Temperature Static Leach Test Method"
Auteur :	Materials Characterization Center
Contexte d'élaboration :	Méthode normalisée d'évaluation des déchets radioactifs solidifiés
Récipient de lixiviation :	Téflon, 20 mL à 1 L, chambre d'environnement dont la température varie entre 30 °C (MCC-1) et 100°C (MCC-2)
Préparation de l'échantillon :	1) Caractérisation du matériel d'essai (microscopie optique, diffraction des rayons X, microscopie électronique à balayage, émission de rayons X (SEM-XRE), composition chimique globale, analyse radiochimique, autoradiographie) 2) Fabrication ou découpage du spécimen 3) Nettoyage ultrasonore de la surface
Masse de l'échantillon :	Surface recommandée : 40 mm^2
Solution de lixiviation :	Trois solutions de lixiviation usuelles : • eau • saumure • silicate/bicarbonate De plus, solutions de lixiviation spécifiques au terrain
Volume/surface :	10 cm
Durée :	7, 28, 354 jours, ou plus
Séparation du lixiviat :	Filtration sur membrane de 0,45 micromètre

température inférieure à 100 °C, alors que l'essai MCC-2 est mené à une température supérieure à 100 °C. La méthode inclut des options dont la complexité croît selon la variation de la température, la durée de l'essai et la fréquence des prélèvements d'échantillons.

5.1.3 Essais séquentiels d'extraction chimique (tableau 9)

L'essai séquentiel d'extraction chimique. La méthode intitulée "Sequential Chemical Extraction (SCE)" a été mise au point pour permettre l'examen du partage, entre différentes fractions ou formes chimiques, de certains métaux traces. Cet essai s'appuie sur le fait que toutes les formes d'un métal n'ont pas un impact égal sur l'environnement et, dans une certaine mesure, il permet de simuler l'étendue des conditions environnementales auxquelles seront exposés des déchets sur le terrain. Diverses séquences de solutions de lixiviation sont utilisées pour modifier l'environnement chimique et favoriser la libération de fractions spécifiques. Les données ne permettent pas de prédire de façon stricte les conditions sur le terrain, puisque le changement est indiqué de façon approximative plutôt que quantitative. Il faudrait développer un essai semblable permettant d'étudier la force de liaison des contaminants organiques à la matrice de déchets.

5.1.4 Essais d'accumulation de la concentration (tableau 10)

L'essai normalisé de lixiviation, procédé C, University of Wisconsin. Parrainé par la U.S. EPA, l'essai intitulé "Standard Leaching Test (SLT)" a été mis au point à la University of Wisconsin, en 1978, lors de l'une des premières tentatives visant à définir un essai normalisé pour l'évaluation du potentiel relatif de lixiviation de déchets. Cet essai diffère de façon significative des extractions usuelles, en ce que les résidus après filtration sont rejetés après chaque élution, et que le lixiviat est conservé, puis mélangé à un échantillon frais.

5.2 Essais dynamiques

5.2.1 Essais sériels par lots (tableau 11)

La méthode d'extractions multiples (méthode 1320) de l'EPA. La méthode 1320 de la U.S. EPA, intitulée "Multiple Extraction Procedure (MEP)", est basée entièrement sur la méthode 1310. Cet essai a été conçu pour simuler la lixiviation de déchets lorsque ceux-ci sont exposés à des précipitations acides répétées dans une décharge contrôlée qui a été mal conçue. Il permet de déterminer la concentration maximale de constituants, sous des

TABLEAU 9 MÉTHODE D'ESSAI SÉQUENTIEL D'EXTRACTION CHIMIQUE(13)

Fraction	Métaux cibles	Changement	Solution de lixiviation
A	Susceptibles à un échange ionique	Composition ionique	0,25 M CaCl 0,75 M LiCl 60 % CH_3OH
B	Oxydes de surface et métaux liés aux carbonates	pH	1 M CH_3COONa dans CH_3COOH; pH = 5
C	Liés au Fe et aux oxydes de Mn	Eh	1 M $NH_2OH \cdot HCl$ dans CH_3COOH, 25 %
D	Liés aux composés organiques	Eh	0,02 M HNO_3 dans H_2O_2, 30 % 1,2 M CH_3COONH_4 dans HNO_3, 20 %
E	Métaux résiduels	Stable	H_2O_2, 30 %, HF, HCl

TABLEAU 10 MÉTHODE D'ESSAI D'ACCUMULATION DE LA CONCENTRATION

Nom de l'essai :	"Standard Leach Test"(19) (procédé C)
Auteur :	University of Wisconsin, U.S. EPA
Contexte d'élaboration :	Norme précédente
Récipient de lixiviation :	Fioles carrées
Préparation de l'échantillon :	Séparation du liquide, filtration sous pression sur membrane de 0,45 micromètre
Masse de l'échantillon :	120 g (poids humide)
Solution de lixiviation :	Eau distillée, lixiviat synthétique de décharge municipale
Rapport liquide-solide :	10:1, 7,5:1, 5:1 (poids sec)
Agitation :	Agitateur rotatif
Temps d'élution :	24 heures
Nombre d'élutions :	3
Séparation du lixiviat :	Filtration sur membrane de 0,45 micromètre
Durée de l'essai :	3 ou 14 jours

TABLEAU 11 ESSAIS SÉRIELS PAR LOTS

Nom de l'essai et auteur	Contexte d'élaboration	Préparation des échantillons	Solution de lixiviation	Récipient de lixiviation	Agitation	Masse des échantillons	Rapport liquide-solide	Temps de contact	Nombre d'élutions	Séparation du lixiviat
MEP(20) U.S. EPA Méthode 1320	Méthode d'essai normalisée (1986)	Identique à la méthode 1310	Acide acétique Acide synthétique Eau distillée	Identique à la méthode 1310	Identique à la méthode 1310	Identique à la méthode 1310	Identique à la méthode 1310	Identique à la méthode 1310	10	Identique à la méthode 1310
MWEP(21) U.S. EPA	Document technique (1986)	Réduction des dimensions particulaires à moins de 9,5 mm ou intégralité de la structure	Eau distillée Eau recueillie in situ	Bouteille d'échantillonnage à ouverture large	Culbuteur rotatif	Non précisée	10:1	18 heures	4	Décantation et filtration
Graded Serial Batch(22) U.S. Army	Méthode de recherche utilisée pour les déchets et les sols (1987)	-	Eau distillée	Non précisé	Agitation en douceur périodique (4 ou 5 fois par jour)	300 g	2/3/6/12/24/48/96:1	Jusqu'à l'atteinte d'un état d'équilibre	Plus de 7	Filtration par le vide
SBE(23) D4793-88 ASTM	Méthode normalisée (proposée) (1988)	Dessiccation Séparation des phases	Eau de type II D1193	Bouteille de 2 L à ouverture large	Aucune	100 g	20:1	24 heures	10	Filtration sur membrane de 0,45 micromètre
Essai de lixiviation WRU(24) Hardwell Laboratory Royaume-Uni	Méthode normalisée (1982)	Concassage Filtration par le vide	Eau distillée Tampon dilué d'acide acétique (pH = 5)	Fiole à col large de 50 mL	Agitateur mécanique	100 g	Une fois le volume interstitiel (cinq premières élutions) 10 fois le volume interstitiel (plus de six élutions)	2 à 80 heures État d'équilibre	5	Filtration par le vide
SLT essai en cascade(25) SOSUV Pays-Bas	Méthode de recherche normalisée pour les produits de combustion (1984)	Concassage/ tamisage Séchage	Eau distillée Acide nitrique (pH = 4,0)	Bouteille de polyéthylène de 1 L	Agitation/ brassage	40 g	20:1	23 heures	5	Décantation et filtration sur membrane de 0,45 micromètre

conditions acides, dans un lixiviat de déchets solides, de déchets liquides ou de déchets polyphasés. La méthode 1320 est en conformité complète avec la méthode 1310 de l'EPA, sauf qu'il y a une première élution avec de l'eau distillée, qui est suivie de neuf élutions successives du même échantillon à l'aide de précipitations acides synthétiques.

La méthode d'extraction de déchets de décharge à type de résidu unique. La méthode intitulée "Monofill Waste Extraction Procedure (MWEP)" est tirée d'un document technique de la U.S. EPA. Elle est utilisée par les demandeurs et par les examinateurs de demande de permis d'exploitation d'installations d'élimination de déchets dangereux. Les documents techniques renferment des données sur les technologies et sur les techniques d'évaluation, mais ils ne constituent pas des textes de réglementation. Cet essai a pour objet la détermination des concentrations de substances contaminantes dans les lixiviats de déchets industriels, qui sont éliminées dans des décharges à type de résidu unique bien conçues. Cet essai donne une indication des constituants qui peuvent être lixiviés, de même que de la période qui s'écoule avant leur libération; il permet de déterminer le taux maximal de libération sous des conditions légèrement acides. L'objet de l'essai n'est pas de simuler les conditions de lixiviation in situ. Cette méthode, la "Monofill Waste Extraction Procedure (MWEP)" était précédemment connue sous le nom de "Solid Waste Leaching Procedure (SWLP)". La méthode inclut une extraction sérielle par lots en quatre étapes, chaque élution durant 18 heures, à un rapport liquide-solide égal à 10:1. La méthode a été mise à l'essai sur un large éventail de substances contaminantes, sauf les composés organiques volatils. Même si l'essai ne fait pas appel à la réduction des dimensions particulaires, on a observé que le culbuteur rotatif tendait à broyer bon nombre d'échantillons monolithiques.

L'essai sériel progressif par lots. L'essai intitulé "Graded Serial Batch Test" a été élaboré par le United States Army Corps of Engineers. Il s'agit d'un essai rapidement réalisable et polyvalent, pouvant être utilisé pour mesurer la susceptibilité de déchets choisis à la lixiviation, la capacité d'atténuation de certains sols et l'efficacité de divers procédés de fixation de déchets industriels. Cet essai a été élaboré en vue du rétablissement de sites contaminés qui sont caractérisés par une multiplicité de déchets et de sols. Le procédé exige l'extraction répétée des déchets, de même que la mise en équilibre sérielle de l'extrait de déchets avec l'un des sols. Le même échantillon de déchets est extrait avec des volumes croissants de solution de lixiviation, et le lixiviat est mis en équilibre de façon successive avec les trois mêmes échantillons de sols. Cette procédure peut être répétée pour un nombre quelconque d'extractions.

La méthode d'extraction séquentielle par lots, ASTM D4793-88. La méthode de l'ASTM, intitulée "Sequential Batch Extraction (SBE)", représente une modification de la méthode D3987 et repose sur la filtration et la séparation de l'échantillon de déchets après la première élution avec de l'eau distillée, et l'extraction subséquente (jusqu'à neuf fois) de ce même échantillon.

L'essai de lixiviation de la WRU. La Waste Research Unit (WRU) du Harwell Laboratory, au Royaume-Uni, a mis au point une méthode d'essai sériel par lots, appelée essai à l'agitateur à mouvement répétitif, pour permettre la quantification du degré de lixiviation initial de déchets, de façon à pouvoir établir les limites devant s'appliquer à une décharge. On exprime le rapport liquide-solide en termes de "volume de saturation", soit le volume de solution de lixiviation qui sature tout juste une quantité de déchets. La méthode exige tout d'abord la réalisation d'un essai à l'équilibre avec agitation, qui correspond à l'élution unique d'un extrait sous agitation, avec des prélèvements à toutes les heures pour confirmer l'atteinte de l'état d'équilibre. Un essai à l'agitateur à mouvement répétitif, comportant cinq extractions sérielles par lots avec une quantité égale à un volume de saturation de solution de lixiviation, est ensuite mené, puis une sixième extraction avec l'équivalent de 10 fois le volume de saturation de solution de lixiviation (pour obtenir une moyenne de la lixiviation pour un volume compris entre 6 et 15 fois le volume de saturation).

Essai normalisé de lixiviation, essai en cascade. En 1981, les Pays-Bas ont reconnu le besoin de mettre au point des essais normalisés de lixiviation pour les cendres de charbon et les cendres de la combustion d'ordures ménagères. En 1984, une série d'essais normalisés de lixiviation a été publiée, dont l'objet était de reproduire le plus fidèlement possible les conditions de lixiviation in situ, ce qui permettait d'améliorer la capacité de prédire les effets éventuels sur l'environnement de l'enfouissement de cendres. L'essai intitulé "Standard Leaching Test (SLT)" vise la détermination de la composition globale de résidus, du comportement de ces résidus sur une colonne (la composition du lixiviat initial et le volume interstitiel pour un essai sur colonne), des caractéristiques de lixiviation à moyen et long termes (essai en cascade) et du taux maximal de lixiviation (extraction en deux étapes). L'utilisateur doit choisir parmi les divers essais présentés sur un arbre décisionnel, en se basant sur le rapport liquide-solide qui s'apparente le mieux au temps de lixiviation et à la quantité de liquide que les déchets peuvent rencontrer sur le terrain. L'essai en cascade consiste en une extraction sérielle par lots, avec cinq élutions au cours

desquelles une solution de lixiviation acidifiée fraîche est ajoutée à un rapport liquide-solide de 20:1, pour correspondre à un rapport liquide-solide cumulatif de 100:1.

5.2.2 Essais par immersion (tableau 12)

La méthode MCC-4S. L'objet de cet essai est de constituer une base de données sur la lixiviation de déchets radioactifs solidifiés sous des conditions dynamiques, afin de permettre l'établissement d'une base de comparaison de déchets inorganiques monolithiques et de faciliter l'octroi de permis pour les sites de dépôt de ces déchets. Il est basé sur un essai mis au point au Lawrence Livermore National Laboratory, et il a été modifié pour permettre l'utilisation des instruments disponibles commercialement, qui peuvent fonctionner à une température de 100 °C. Les paramètres de l'essai ont été choisis de façon à rendre possibles les comparaisons directes avec les autres essais du MCC, les aspects suivants ayant été normalisés : la composition de la solution de lixiviation, la température, le débit, et le rapport volume-surface. Les spécimens sont immergés dans la solution de lixiviation, qui circule une seule fois en débit continu. Cela nécessite l'utilisation de pompes péristaltiques, de réservoirs et de bouteilles collectrices, en plus d'une chambre environnementale et de récipients de lixiviation modifiés pour utilisation à des températures élevées et en présence de radioactivité. Même si les pompes doivent permettre de régler le débit dans un écart de $\pm$ 10 %, ceci n'est pas possible à l'heure actuelle en présence de débits faibles de l'ordre de 0, 001 mL/min. Comme pour plusieurs autres essais du MCC, cet essai exige l'utilisation d'une matrice de référence pour permettre la détermination de l'erreur systématique et la précision de la méthode dans le laboratoire exécutant.

L'essai dynamique de lixiviation de l'AIEA. En 1971, l'Agence internationale de l'énergie atomique (AIEA) a publié une norme suggérée pour les déchets radioactifs solidifiés. Il s'agissait d'une réaction à la diversité d'essais dynamiques de lixiviation présents dans plusieurs laboratoires, le but de chacun de ces essais étant de satisfaire aux propres buts précis des différents chercheurs. La méthode a reçu une approbation de principe, mais la norme ne s'est jamais imposée. Au contraire, plusieurs versions modifiées de l'essai de l'AIEA ont fait leur apparition, et le secteur des déchets radioactifs ne compte toujours pas d'essai normalisé. Certaines difficultés expérimentales inhérentes à la méthode de l'AIEA sont dues : aux limites expérimentales associées à la configuration unidimensionnelle de lixiviation, alors que seule une face circulaire est mise en contact avec la solution de lixiviation; à la durée d'essai qui est beaucoup trop longue pour s'assurer de

TABLEAU 12 ESSAIS PAR IMMERSION

Nom de l'essai et auteur	Contexte d'élaboration	Préparation des échantillons	Dimension des échantillons	Solution de lixiviation	Récipient de lixiviation	Volume : surface	Taux de renouvellement de la solution de lixiviation
MCC-4S(26) MCC	Norme (1983)	Fabrication individuelle ou lavage de surface ou coupe transversale	400 mm^2	Eau purifiée, eau au bicarbonate-silicate, eau prélevée in situ	Cylindre de téflon de 1 L	10 cm	Débit = 0,1; 0,01; et 0,001 mL/min
Essai dynamique de lixiviation de l'AIEA(27) AIEA	Norme antérieure (1971)	Préparation d'une face cirulaire pour la lixiviation	Cylindre, 5 cm sur 5 cm	Eau déminéralisée Eau prélevée in situ	Compatible avec l'échantillon et la solution de lixiviation	Moins de 10 cm	À tous les jours (première semaine), à toutes les semaines (8 semaines), à tous les mois (6 mois), à tous les semestres
Essai de lixiviation de l'ISO(28) ISO	Norme antérieure (1986)	Polissage de la surface	Surface = 0,5 à 0,001 m^2	Eau désionisée Eau de mer synthétique Eau prélevée in situ	Cylindre non réactif, résistant au rayonnnement	10 à 20 cm	1, 3, 7, 10, 14, 28, 35, 42, 72, 102 jours
ANSI/ANS 16.1(29) ANS (American Nuclear Society)	Norme (1986)	Lavage de la surface	Cylindre, longueur/diamètre = 0,2 à 5,0	Eau distillée	Cylindre non réactif, suffisant pour y immerger l'échantillon	10 cm	2, 7 heures; 1, 2, 3, 4, 5, 14, 28, 43, 90 jours
DLT(13)	Résultats de recherche publiés (1988)	Maturation et lavage de la surface	Cylindre, 4,5 cm de diamètre sur 7,5 cm de longueur	Eau distillée	Vase large à grande ouverture	De façon à permettre la détection des contaminants	0, 1, 4, 7, 24, 31, 48, 72, 79, 100 heures; 0, 4, 24, 31, 72, 104, 168, 196 heures (pour les espèces de faible mobilité)

la conformité; à la fréquence trop faible de renouvellement de la solution de lixiviation durant les étapes finales de l'essai.

L'essai de lixiviation de l'ISO. L'Organisation internationale de normalisation (ISO) s'est plus ou moins inspirée de l'AIEA dans l'élaboration d'un essai normalisé de lixiviation, qui devait permettre la comparaison des résultats entre les laboratoires. Cet essai ne simule pas les conditions dans un lieu d'élimination, telles que des pressions et des températures très élevées. En conséquence, il ne permet pas la formulation d'extrapolations quantitatives à long terme, qui permettraient d'établir la durabilité des produits qui sont dans les dépôts. Cet essai a été en grande partie remplacé par l'essai ANSI/ANS 16.1.

La méthode ANSI/ANS 16.1. Cette norme interne de l'American National Standards Institute (ANSI) a été élaborée par l'American Nuclear Society (ANS), afin de constituer une base commune d'évaluation de la susceptibilité à la lixiviation de déchets radioactifs solidifiés. Cette norme a été développée afin de pallier les lacunes de l'essai de lixiviation original de l'AIEA. Il s'agit d'un essai simple, de courte durée, qui permet d'évaluer la qualité de déchets solidifiés monolithiques faiblement radioactifs par la mesure et la mise en répertoire de données sur la libération de radionucléides dans des conditions contrôlées et reproductibles qui sont engendrées par une solution de lixiviation bien caractérisée. Cet essai n'a pas pour objet l'étude des caractéristiques de lixiviation à long terme des déchets solidifiés dans des conditions d'élimination usuelles. L'essai exige le renouvellement intermittent de la solution de lixiviation. Un échantillon monolithique de forme cylindrique est suspendu dans de l'eau déminéralisée, et il est soumis à un remplacement fréquent de la solution de lixiviation durant la première semaine, puis à des remplacements moins fréquents durant les 90 jours qui suivent. Récemment, l'essai a été très utilisé pour étudier la susceptibilité à la lixiviation de contaminants non radioactifs.

L'essai dynamique de lixiviation. L'essai intitulé "Dynamic Leach Test (DLT)" est basé sur l'essai ANSI/ANS 16.1, qui a été modifié pour permettre la mise à l'essai de déchets dangereux solidifiés. Les modifications incluent le changement de la fréquence de renouvellement de la solution de lixiviation, ce qui doit maintenir une force motrice de lixiviation dans le lixiviat tout en permettant la détection analytique des contaminants qui y sont présents. Cet essai est caractérisé par deux séquences de renouvellement de la solution de lixiviation, pour les espèces mobiles et pour les espèces immobiles.

5.2.3 Essais par élution (tableau 13). Les essais sur colonne et les essais lysimétriques se prêtent bien à des fins de recherche, puisqu'ils permettent une meilleure approximation des conditions in situ. Toutefois, ils ne sont pas utilisés dans des fonctions de réglementation, en raison de leur longue durée et de leur reproductibilité qui est souvent faible. En conséquence, peu d'efforts ont été déployés en vue de la normalisation de ces essais, tout particulièrement en ce qui a trait aux essais lysimétriques. Plusieurs centaines de comptes rendus d'essais sur colonne et d'essais lysimétriques ont été publiés, ces études portant sur la lixiviation des déchets et sur l'évaluation de l'atténuation des contaminants par le sol. Deux méthodes usuelles d'essais sur colonne sont décrites ci-dessous, et elles sont suivies d'une discussion de plusieurs études lysimétriques.

TABLEAU 13 MÉTHODES D'ESSAI PAR ÉLUTION

Nom de l'essai :	Méthode d'extraction sur colonne(30)	Essai SLT, méthode sur colonne(25)
Auteur :	ASTM	SOSUV, Pays-Bas
Contexte d'élaboration :	Norme proposée	Comptes rendus de recherche
Récipient de lixiviation :	Colonne d'acrylique moulé, diam. 10 cm (4 pouces) sur long. 30 cm (12 pouces)	Colonne : diam. int. 5 cm sur long. 20 cm
Préparation de l'échantillon :	Humidité, densité et dimensions particulaires; ajustement pour refléter les conditions sur le terrain; maturation et présaturation	Dessiccation
Masse de l'échantillon :	5 000 g	-
Solution de lixiviation :	Eau ASTM de type IV	Eau désionisée, pH = 4 avec HNO_3
Rapport liquide-solide :	De façon à simuler les conditions sur le terrain	10:1 lors du dernier prélèvement
Percolation :	Écoulement vers le haut sous pression	Écoulement vers le haut sous pression
Prélèvement du lixiviat :	1^{er}, 2^{e}, 4^{e}, et 8^{e} volume interstitiel	Sept fractions/20 jours
Séparation du lixiviat :	Filtration facultative	-

La méthode sur colonne de l'ASTM. Cette méthode offre un procédé en laboratoire, qui est basé sur l'utilisation d'un montage avec colonne, pour l'obtention de lixiviats aqueux à partir de déchets inorganiques, non monolithiques. L'essai n'a pas pour objet la génération de résultats pour appuyer les travaux de conception de décharges contrôlées, ni la classification des déchets quant à leurs caractéristiques de lixiviation. Toutefois, les échantillons de déchets doivent, du point de vue physique, chimique et biologique, être représentatifs des déchets in situ. La colonne est montée de façon à simuler les conditions sur le terrain le plus fidèlement possible, et elle est employée en écoulement continu vers le haut. On recueille le volume interstitiel autant de fois que requis pour identifier les tendances majeures ou témoigner de l'atteinte d'un état d'équilibre.

L'essai normalisé de lixiviation (SLT) du SOSUV, essai sur colonne. Cet essai sur colonne fait partie d'un ensemble complet de procédés d'évaluation de la capacité de lixiviation, procédés qui ont été développés pour l'analyse des résidus de la combustion du charbon et des ordures ménagères dans les Pays-Bas (voir essai de lixiviation normalisé en cascade). Cet essai est employé lorsque la caractérisation complète des résidus est exigée, ou lorsqu'il faut simuler un système de percolation. Le lixiviat est prélevé à des temps prédéterminés, afin d'obtenir des rapports cumulatifs liquide-solide précis. Cet essai peut être de courte ou de longue durée, selon les besoins de la recherche.

Les études lysimétriques. Les essais de lixiviation réalisés avec des lysimètres permettent la modélisation des conditions in situ et la constitution de bases de données empiriques sur la susceptibilité à la lixiviation de déchets d'évacuation courante, tels que les cendres volantes, les ordures ménagères et les résidus d'extraction minière. Lorsque correctement conçus, ces essais permettent d'éliminer ou d'atténuer les problèmes inhérents à l'expérimentation en laboratoire, soit les effets de paroi, la préservation des échantillons, le sous-échantillonnage et l'hétérogénéité des échantillons. Toutefois, il est difficile de maintenir des instruments et, ainsi, de contrôler et de vérifier que les conditions en laboratoire sont, en fait, fidèles aux conditions in situ pendant une longue période de temps.

De nombreuses études lysimétriques ont fait l'objet d'un compte rendu publié; voici quelques études types en ce qui a trait aux objectifs, au montage, au suivi et aux résultats d'expériences, qui sont menées habituellement pendant une période de plusieurs années (31-39).

5.2.4 Essai avec l'appareil de Soxhlet (tableau 14)

La méthode MCC-5. Il s'agit d'un essai de courte durée, dans des conditions extrêmes, qui a été conçu pour permettre une comparaison rapide des caractéristiques de lixiviation de déchets radioactifs solidifiés monolithiques. Puisque les conditions expérimentales ne sont jamais observées sur le terrain, il n'est pas possible de formuler de prédictions sur le comportement in situ. Cet essai mesure la perte normalisée de masse élémentaire d'échantillons monolithiques sous des conditions de pression ambiante dans une solution de lixiviation qui est continuellement redistillée avec de l'eau bouillante.

TABLEAU 14 MÉTHODE D'ESSAI AVEC L'APPAREIL DE SOXHLET

Nom de l'essai :	MCC-5S(40) Méthode d'essai avec l'appareil de Soxhlet
Auteur :	Materials Characterization Center
Contexte d'élaboration :	Méthode normalisée
Récipient de lixiviation :	Appareil de Soxhlet de téflon, qui permet l'immersion complète en tout temps
Préparation des échantillons :	Fabrication individuelle, tranchage et lavage
Masse de l'échantillon :	Non précisée
Solution de lixiviation :	Eau distillée, eau prélevée in situ
Rapport liquide-solide :	Surface/volume (volume du récipient de lixiviation) = 0,0100
Débit :	0,2 mL/min
Percolation :	Appareil de Soxhlet
Séparation du lixiviat :	Filtration sur membrane de 0,45 micromètre

En conséquence, la température dépend de la pression ambiante. L'essai peut se dérouler pendant une période de 3 ou de 14 jours, et l'échantillonnage est effectué à la conclusion de l'essai. Des échantillons types ne sont pas encore disponibles pour ce procédé. L'essai MCC-5 diffère de l'essai classique avec l'appareil de Soxhlet en ce que le spécimen est complètement immergé dans le liquide en tout temps, grâce à l'utilisation d'un réservoir de trop-plein. De plus, les conditions d'essai sont mieux contrôlées, ce qui donne des résultats plus fiables que ceux obtenus par l'essai usuel avec l'appareil de Soxhlet.

6 PROCÉDÉS D'ACCÉLÉRATION

Idéalement, les prédictions à long terme relatives à la lixiviation des déchets s'appuieraient sur des modèles mathématiques et sur des essais en laboratoire de courte durée. Malheureusement, il est impossible de dériver des relations mécanistes pour toutes les interactions complexes entrant en jeu dans les phénomènes chimiques et physiques associés à la lixiviation. Cette limitation a mené à l'utilisation de procédés d'accélération des essais de lixiviation.

Un mécanisme d'accélération accroît la vitesse de lixiviation par rapport aux conditions sur le terrain sans, en théorie, modifier les mécanismes de lixiviation. Il y a donc compression de la durée au cours de laquelle les mesures sont effectuées.

Tant les essais d'extraction que les essais dynamiques peuvent être accélérés en modifiant des variables telles que l'aire de la surface de contact, le rapport liquide-solide, l'agitation, le débit, la composition de la solution de lixiviation et la température.

Dans les essais d'extraction, les procédés d'accélération, tels le broyage et l'agitation, permettent l'atteinte plus rapide d'un état d'équilibre par l'élimination des restrictions relatives au transfert de masse. D'autres variables peuvent aussi être modifiées (rapport liquide-solide plus élevé, utilisation d'une solution chimique concentrée), ce qui permet d'étudier l'effet sur la lixiviation d'un changement d'environnement chimique.

Pour ce qui est des essais dynamiques, les procédés d'accélération permettent d'observer les taux de lixiviation, plutôt que l'atteinte d'un état d'équilibre. Plusieurs variables peuvent être modifiées pour accélérer les essais dynamiques, notamment la température, le débit et la composition de la solution de lixiviation.

Il n'y a pas de règles absolues pour l'élaboration et la réalisation d'essais accélérés. Un essai qui comprend un mécanisme d'accélération doit être réalisé en supposant que les mécanismes de lixiviation sont inchangés. Cette supposition doit toutefois être vérifiée, puisque certaines modifications minéralogiques et certains changements de la chimie de l'eau interstitielle accélèrent la lixiviation, et ils ne sont pas nécessairement présents in situ.

Les questions relatives à la validité et à l'utilité des essais accélérés ont trait à deux aspects : 1) les modifications apportées en laboratoire peuvent altérer les mécanismes de lixiviation qui se manifestent in situ, et 2) il peut être impossible d'accélérer en laboratoire un mécanisme précis de limitation du taux de lixiviation.

Les éléments suivants doivent être pris en considération dans le choix d'un essai de lixiviation accéléré :

- l'accroissement du débit, qui peut causer l'érosion de la matrice aux dépens de la dissolution chimique;
- l'augmentation de la température, qui peut entraîner des changements de phase (p. ex. la déshydratation du ciment) et d'autres réactions chimiques;
- le fait qu'aucune méthode ne permet l'accélération de plusieurs transformations chimiques, biologiques et photolytiques.

7 CONSIDÉRATIONS RELATIVES À L'INTERPRÉTATION

Les résultats d'essais de lixiviation en laboratoire sont exprimés sous forme de concentrations des constituants dans le lixiviat; ces valeurs peuvent être utilisées directement ou transformées, pour satisfaire aux objectifs expérimentaux énoncés au tableau 1.

Puisque les concentrations obtenues en laboratoire dépendent des conditions d'essai, elles ne correspondent habituellement pas aux concentrations in situ. Toutefois, les concentrations obtenues à partir d'essais d'extraction se présentent comme des critères relatifs pour ce qui est des objectifs suivants, qui sont énoncés au tableau 1 : l'identification des constituants lixiviables, la classification des déchets dangereux, l'évaluation des modifications au procédé et la comparaison des méthodes de traitement des déchets.

Les concentrations des contaminants présents dans les lixiviats in situ peuvent être estimées avec des essais dynamiques (p. ex. les essais sur colonne ou les essais lysimétriques), dans la mesure où le régime hydraulique simule les conditions sur le terrain. Il est difficile et coûteux de réunir de telles données; heureusement, elles ne sont requises que pour deux des variables énoncées au tableau 1 : la conception de systèmes de traitement de lixiviats et l'estimation des concentrations sur le terrain.

Les concentrations mesurées lors d'essais de lixiviation sont souvent utilisées dans le calcul d'autres paramètres tels que le taux de libération, le taux de lixiviation et le flux (défini ci-dessous); ces données permettent de comparer diverses conditions d'essais (p. ex. variation du rapport liquide-solide) qui sont reliés à des travaux d'ingénierie (p. ex. la masse lixiviable d'une substance contaminante par rapport à la masse des déchets) ou qui doivent servir à la formulation de modèles mathématiques. Cette conversion des données peut être utile relativement à tous les objectifs du tableau 1.

Ce chapitre couvre quatre éléments d'interprétation : l'examen des données, la réduction des données, l'analyse indépendante du temps et l'analyse en fonction du temps.

7.1 Examen des données de lixiviation

Les exigences relatives au contrôle de la qualité doivent être prises en considération lorsque vient le temps de définir un programme expérimental. Avant de

pouvoir interpréter les résultats de lixiviation en fonction des objectifs expérimentaux, les éléments suivants doivent être examinés. Ainsi, il faut :

1) déterminer la précision et l'exactitude des résultats; ceci se fait en comparant les résultats d'essais répétés, en examinant les résultats obtenus à partir des blancs et des échantillons dopés, et en confrontant les niveaux mesurés aux limites de détection analytique (la précision analytique décroît à mesure que les valeurs obtenues s'approchent de la valeur limite de détection);
2) lorsque possible, comparer les résultats obtenus et les données qui ont été publiées pour des déchets semblables;
3) examiner la chimie ionique globale du lixiviat. Les constituants qui ne sont pas nécessairement des contaminants, tels que les ions de chlore, peuvent donner des indications relativement à la composition des déchets solides et au mécanisme de lixiviation;
4) essayer d'établir si des facteurs simples exercent un effet significatif sur les concentrations et sur les taux de libération observés et, si c'est le cas, il faut tenter d'identifier les facteurs en cause. Il faut mesurer le pH du lixiviat, le potentiel d'oxydoréduction et la force ionique (indiquée par la conductivité). La mesure des concentrations permet de vérifier le produit de solubilité des composés simples (p. ex. hydroxydes, sulfures). Pour les systèmes plus complexes, on peut élaborer des modèles d'équilibre chimique du lixiviat. L'atteinte d'un état d'équilibre peut être vérifiée en préparant un lixiviat sursaturé avec l'espèce lixiviée en cause, en poursuivant l'essai pendant un certain temps, puis en observant si l'état à l'équilibre demeure le même;
5) si une caractérisation relativement complète du lixiviat est disponible, il faut comparer la somme de la masse des différents constituants et la quantité totale de solides dissous; s'assurer de l'électroneutralité en équilibrant la charge des équivalents cationiques et anioniques. Cela peut permettre de déceler certains constituants du lixiviat qui n'ont pas été analysés.

En plus de l'examen du terrain et de l'évaluation des antécédents du site, l'étude des spécimens lixiviés peut servir à confirmer les résultats des essais de lixiviation; l'examen de la surface et la mesure du profil des couches lixiviées peuvent donner des indices sur la cinétique du processus.

L'examen du spécimen lixivié est important surtout dans le cas de déchets solidifiés (déchets solidifiés avec du verre ou du ciment), car il permet d'établir la nature et l'étendue de la disparition des contaminants et de confirmer les résultats des essais de lixiviation.

Certains des outils micromorphologiques qui peuvent être utilisés pour examiner les spécimens lixiviés sont mentionnés au tableau 15.

TABLEAU 15 CARACTÉRISATION MICROMORPHOLOGIQUE

Diffraction de rayons X	Utilisée pour identifier les changements minéralogiques dans la couche lixiviée
Microscopie électronique	Utilisée pour caractériser les changements microstructuraux, morphologiques et chimiques causés par la lixiviation
Autoradiographie	Pour les substances contaminantes radioactives, l'analyse par autoradiographie du spécimen lixivié permettra d'obtenir des données qualitatives sur l'étendue de la disparition des radionucléides dans la zone lixiviée, et de faire une comparaison avec la partie non lixiviée du spécimen. Elle permet aussi d'obtenir des données sur la distribution et sur la répartition des radionucléides dans la matrice de ciment, et entre la matrice de ciment et l'agrégat.

7.2 Réduction des données de lixiviation

Les résultats des essais de lixiviation sont obtenus sous forme de concentrations de contaminants dans le lixiviat. La réduction et la transformation de ces données sont nécessaires dans l'interprétation des résultats. Voici diverses façons d'exprimer les résultats.

Pour les essais d'extraction et pour les essais dynamiques, il est possible d'exprimer les résultats de la façon suivante :

- concentration : masse d'un constituant dans le lixiviat par rapport à la masse ou au volume du lixiviat
- taux de libération : masse d'un constituant dans le lixiviat par rapport à la masse totale de l'échantillon brut de déchets (il faut préciser s'il s'agit du poids humide ou du poids sec)

- fraction lixiviée : masse d'un constituant dans le lixiviat par rapport à la masse du constituant dans l'échantillon de déchets

Pour les essais dynamiques seulement, il est possible d'exprimer les résultats comme suit :

- taux de lixiviation : masse d'un constituant par unité de temps
- flux : masse d'un constituant par unité de surface et par unité de temps
- libération cumulative : masse cumulative d'un constituant dans le lixiviat par rapport à la masse totale de l'échantillon de déchets (il faut préciser s'il s'agit du poids humide ou du poids sec)
- fraction lixiviée cumulative : masse cumulative d'un constituant dans le lixiviat par rapport à la masse du constituant dans l'échantillon de déchets

Il est bon de rappeler que l'expression des résultats en termes de la fraction lixiviée exige habituellement la connaissance de la concentration initiale du constituant dans l'échantillon. De façon semblable, l'expression des résultats en termes de flux nécessite le calcul de l'aire de la surface de contact entre la solution de lixiviation et le spécimen.

Le calcul du taux de libération en fonction de la masse des déchets bruts permet de comparer la susceptibilité à la lixiviation avant et après le traitement par des agents stabilisants/solidifiants, traitement qui a pour effet de diminuer la concentration des contaminants initialement présents dans l'échantillon de déchets bruts.

En plus des méthodes d'expression des résultats mentionnées ci-dessus, les résultats d'essais de lixiviation sont souvent interprétés à l'aide de modèles mécanistes, qui permettent de calculer des paramètres tels que la diffusivité, la tortuosité, les coefficients de partage, et des paramètres thermodynamiques et cinétiques.

7.3 Analyse indépendante du temps

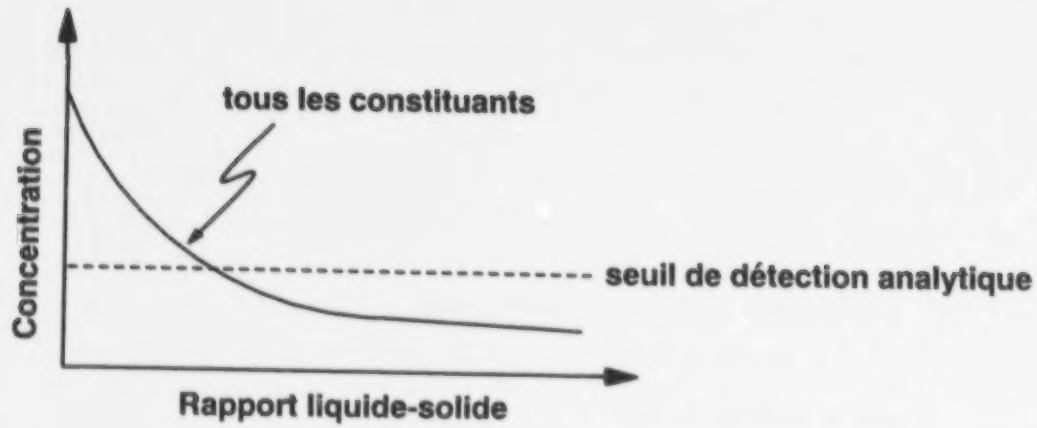
Puisque les essais de lixiviation en laboratoire ne permettent pas de simuler les conditions sur le terrain, il faut tenter d'obtenir des résultats apparentés à des situations de contamination sévère. En ce sens, il y a deux paramètres importants, la concentration maximale et la libération maximale.

Des valeurs de concentration maximale et de libération maximale peuvent être obtenues avec des essais d'extraction et des essais dynamiques, mais dans des conditions expérimentales différentes. Les deux paramètres clés devraient être dérivés d'essais où les limitations relatives au transfert de masse ont été éliminées ou réduites au minimum (par la réduction des dimensions particulaires). Dans la détermination de la concentration maximale et des valeurs de libération, la chimie du système déchets-solution de lixiviation et le volume de la solution de lixiviation constituent des facteurs plus importants que les considérations d'ordre cinétique.

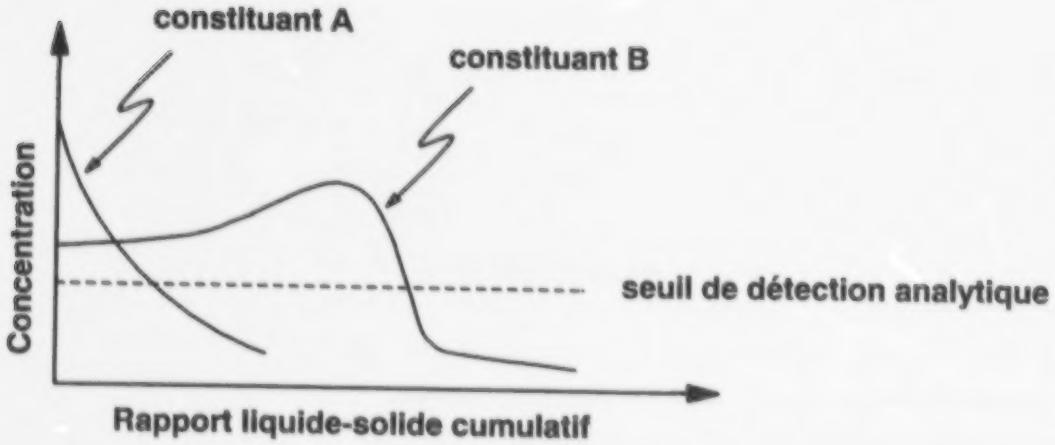
La figure 14 illustre des courbes types de la concentration des constituants dans le lixiviat en fonction du rapport liquide-solide. Dans un essai d'extraction (figure 14a), la concentration est plus élevée en présence de rapports liquide-solide de faible valeur (c.-à-d. la concentration dans le liquide interstitiel), et elle décroît de façon uniforme avec l'augmentation du rapport liquide-solide. Pour des rapports liquide-solide de valeur très élevée, la concentration dans le lixiviat pourra tomber sous le seuil de détection, une situation qu'il faut tenter d'éviter. Du point de vue de la protection environnementale, de faibles concentrations et de faibles valeurs du rapport liquide-solide sont souhaitables, car cela indique que les substances contaminantes sont bien retenues.

Dans un essai dynamique (figure 14b), la concentration décroît habituellement avec l'accroissement du rapport liquide-solide cumulatif (constituant A). Puisque les constituants lixiviés sont retirés du récipient de lixiviation, la concentration chute habituellement sous le seuil de détection analytique, pour donner un rapport cumulatif liquide-solide plus faible que durant un essai d'extraction. La lixiviation préférentielle d'un constituant par rapport à un autre est souvent observée lors d'essais dynamiques. Cela est illustré dans la figure 14b, alors que le constituant B est libéré à la suite de la lixiviation du constituant A (p. ex. en raison d'une solubilité accrue des métaux reliée à la disparition du pouvoir tampon). Dans cette situation, la concentration maximale est observée à une valeur cumulative relativement élevée du rapport liquide-solide.

La figure 15 présente des courbes types de libération des constituants en fonction du rapport liquide-solide pour les essais dynamiques et d'extraction. Une corrélation positive entre la libération et le rapport liquide-solide est évidente, alors que la libération augmente pour atteindre une valeur maximale asymptotique. De façon pratique, il peut être difficile de dériver une valeur maximale de libération dans un essai d'extraction, en raison du phénomène de dilution, qui peut pousser les concentrations à des niveaux inférieurs au seuil de détection analytique (figure 14). Il est possible

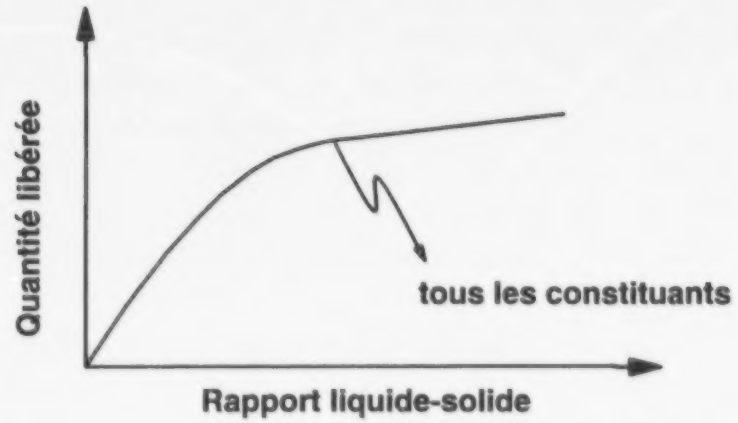


a) Essai d'extraction

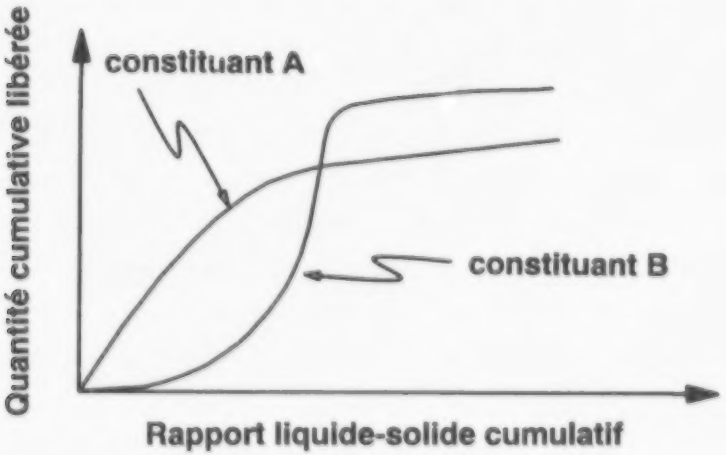


b) Essai dynamique

FIGURE 14 COURBES TYPES DE CONCENTRATION DES CONSTITUANTS



a) Essai d'extraction



b) Essai dynamique

FIGURE 15 COURBES TYPES DE LIBÉRATION DES CONSTITUANTS

d'atténuer ce problème dans les essais dynamiques (figure 15b), puisque les données sont obtenues à mesure que le rapport liquide-solide cumulatif augmente. La lixiviation préférentielle est illustrée à la figure 15b, alors que la libération cumulative du constituant B augmente soudainement à la suite de la lixiviation de la majeure partie du constituant A.

Tant la concentration que la libération sont fortement influencées par la nature de la solution de lixiviation. De façon générale, en présence d'un agent de lixiviation doux et d'un rapport liquide-solide peu élevé, la chimie du lixiviat est contrôlée par les déchets. En présence d'agents de lixiviation agressifs et/ou de valeurs élevées du rapport liquide-solide, la chimie du lixiviat est contrôlée par la solution de lixiviation, et l'essai s'apparente à une extraction chimique.

Les agents de lixiviation agressifs sont habituellement utilisés pour neutraliser les déchets et pour inhiber la lixiviation préférentielle. Une pratique usuelle consiste à utiliser une solution de lixiviation acide pour neutraliser un excès d'alcalinité et pour stimuler la lixiviation des constituants sensibles au pH. Il faut s'assurer, lorsqu'on choisit des agents de lixiviation agressifs, d'établir un parallèle entre la nature de l'agent de lixiviation et les liquides qui sont effectivement présents sur le terrain. Une série de solutions chimiques peut être utilisée pour lixivier de 0 % à 100 % d'un constituant de déchets (figure 16).

7.4 Analyse en fonction du temps

Lorsque le temps est une variable significative, les limitations relatives au transfert de masse deviennent importantes. Pour cette raison, les essais basés sur l'obtention d'information de nature temporelle ne doivent pas causer une altération de l'intégralité physique des déchets solidifiés, ces considérations ne concernant pas uniquement les déchets solidifiés monolithiques caractérisés par une résistance physique élevée. Les déchets granulaires ou ceux qui sont semblables à des sols peuvent être modifiés par emplacement et par compaction sur le terrain, de façon à leur donner des propriétés physiques et mécaniques (densité, conductivité hydraulique, etc.) qui pourront déterminer le régime hydraulique de la solution de lixiviation.

Des informations de nature temporelle peuvent être tirées d'essais par immersion et d'essais par élution. Toutefois, l'interprétation des essais par immersion est plus facile, en raison de l'absence de phénomènes d'advection à travers les déchets. En conséquence, les essais par immersion sont devenus l'instrument de choix (tout

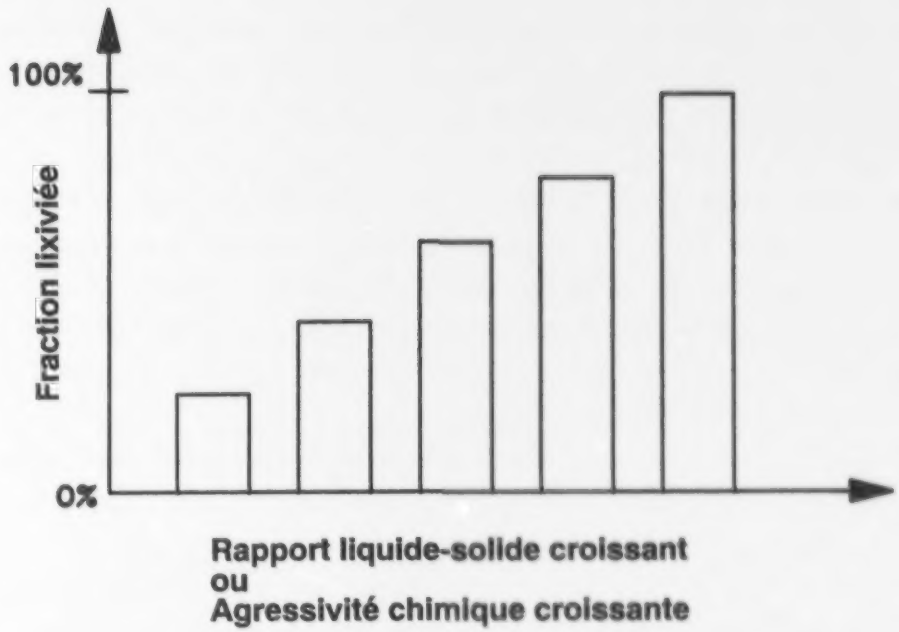


FIGURE 16 FRACTION LIXIVIÉE AVEC DIFFÉRENTS ESSAIS DE LIXIVIATION

particulièrement dans l'industrie des déchets radioactifs) dans l'étude des déchets solidifiés.

Un grand nombre de modèles mathématiques facilitent l'interprétation et l'extrapolation des résultats des essais par immersion. Les essais par élution demeurent importants dans l'étude des déchets plus perméables, tels que les cendres, les boues liquides et les sols contaminés. Les conditions simples sous lesquelles sont réalisés les essais par immersion permettent l'utilisation de modèles analytiques, alors que des modèles numériques plus complexes seraient nécessaires pour l'interprétation des résultats d'essais par élution. Voici quelques considérations relatives à l'interprétation d'essais par immersion.

Les données d'essais par immersion sont habituellement exprimées en termes de flux, ou de la fraction cumulative lixiviée en fonction du temps (ces deux éléments étant facilement obtenus l'un à partir de l'autre). Le taux de renouvellement de la solution de lixiviation régit la concentration dans le récipient de lixiviation (condition aux limites) et détermine tant la force motrice de lixiviation que le genre de modèle mathématique qui peut être utilisé dans l'interprétation des résultats. Le taux de renouvellement de la solution de lixiviation peut être exprimé comme la vitesse de la

solution de lixiviation (v), qui est égale au volume de solution de lixiviation entrant en contact avec les déchets par unité de surface, par unité de temps :

v = (volume/surface)/temps = distance/temps

L'effet du régime hydraulique de la solution de lixiviation sur le flux peut être observé, puisque le flux dépend de la vitesse de la solution de lixiviation (figure 17).

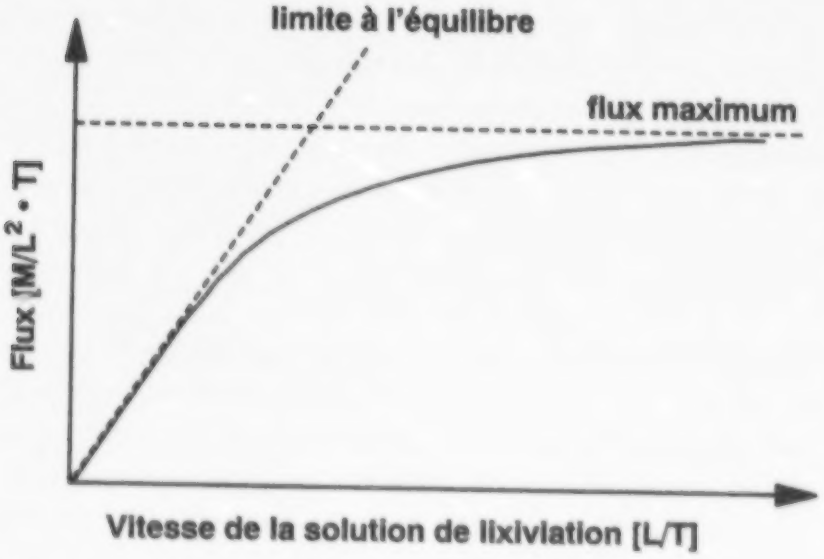


FIGURE 17 EFFET DE LA VITESSE DE LA SOLUTION DE LIXIVIATION SUR LE TAUX DE LIXIVIATION

La pente de la courbe de la figure 17 est égale à une valeur de concentration. La courbe a deux limites asymptotiques, où la pente peut être interprétée comme étant la concentration des espèces lixiviées près de l'interface. Le flux maximum est atteint lorsque la vitesse de l'agent de lixiviation tend vers l'infini. Dans de telles conditions d'écoulement, il n'y a aucune accumulation d'espèces lixiviées dans le lixiviat (la pente de la courbe tend vers une valeur nulle), et la force motrice de lixiviation est à son maximum. L'autre limite correspond à la concentration de saturation d'une espèce dans des conditions de lixiviation données. Cette limite peut être atteinte lors d'essais où la vitesse de l'agent de lixiviation est suffisamment basse.

Les deux limites correspondent à des essais d'utilisation courante. La méthode ANSI/ANS 16.1 et tous les essais de cette famille font appel à une vitesse élevée de l'agent de lixiviation et, à des fins d'interprétation, la condition aux limites (c.-à-d. la concentration dans le lixiviat à l'interface déchets-solution de lixiviation) est égale à zéro. Cette condition permet l'obtention de la valeur maximale du flux, mais elle engendre quelques problèmes pratiques associés à une mesure précise de la quantité lixiviée, puisque la concentration dans le lixiviat est souvent très près de la limite de détection analytique. Des données sur la cinétique peuvent être obtenues à partir de la méthode MCC-1, par la mesure de l'arrivée à saturation. Les essais par immersion où la vitesse de l'agent de lixiviation se situe entre ces deux limites sont plus difficiles à interpréter, et ils exigent l'utilisation de méthodes numériques.

Un modèle empirique simple, souvent utilisé dans l'interprétation d'essais par immersion, et qui tient compte de plusieurs mécanismes de limitation du taux de lixiviation, s'exprime ainsi :

$$CFL(t) = a + bt^{1/2} + ct$$

où CFL(t) correspond à la fraction cumulative lixiviée, t correspond au temps, et a, b et c sont des constantes. Le premier terme, a, est associé aux phénomènes initiaux de lessivage, soit la dissolution rapide d'espèces solubles qui sont présentes en surface. Le deuxième terme, $bt^{1/2}$, décrit les mécanismes de transport qui sont limités par des phénomènes de diffusion. Lorsqu'on trace une courbe de la CFL en fonction de la racine carrée du temps, l'obtention d'une ligne droite signifie que la diffusion limite le flux. Un certain nombre de mécanismes de lixiviation peuvent être associés au troisième terme :

- les réactions de mobilisation lentes, dont la cinétique est contrôlée (telles que les réactions d'oxydoréduction);
- la corrosion ou la dissolution de la matrice;
- les phénomènes de dissolution qui sont contrôlés par les espèces présentes dans le lixiviat.

L'équation empirique ne permet pas l'extrapolation à des temps plus éloignés, parce qu'elle ne peut tenir compte de mécanismes précis de contrôle du taux de lixiviation. Toutefois, elle peut être utilisée comme outil de sélection préalablement à l'élaboration de modèles plus complexes.

8 CONCLUSIONS

Plusieurs objectifs d'essais de lixiviation ont été énoncés, allant de la simple identification d'espèces lixiviables jusqu'à l'évaluation du risque relatif à la mise en décharge de déchets. À la lumière de ces objectifs, un examen des publications a révélé un grand nombre de méthodes, qui ont été classées en fonction de leurs caractéristiques expérimentales. Vingt-six méthodes, comprenant des essais normalisés ou des méthodes de recherche reconnues, ont été décrites en détail. Il est évident que l'atteinte des objectifs d'un programme expérimental pourra nécessiter l'utilisation de plusieurs essais, de façon à obtenir une information complémentaire.

Le but ultime des études de lixiviation est d'évaluer la mise en décharge de déchets solides. Puisque les phénomènes de lixiviation sont lents, les concepteurs d'études en laboratoire de courte durée font face au défi de générer des informations à un rythme accéléré, ou de produire des informations utilisables dans des modèles mathématiques qui permettent de procéder à des extrapolations. Ces deux approches sont grandement limitées, comme la discussion ci-après l'indique.

Les procédés de lixiviation en laboratoire qui tentent de simuler les conditions sur le terrain ne permettent pas de prédire la susceptibilité des déchets à la lixiviation à long terme. Même s'il existait un essai qui pouvait simuler parfaitement les conditions sur le terrain, il ne serait valide que pour une durée de temps équivalente à celle de l'essai. D'un autre côté, les méthodes d'accélération (qui permettent de contrôler des variables telles que l'aire de la surface de contact, le rapport liquide-solide, l'agitation, le débit, la composition de l'agent de lixiviation et la température) risquent d'altérer la matrice (changements de phases), d'introduire des mécanismes non désirés (érosion), et d'éliminer les effets atténuants (environnement d'oxydoréduction contrôlé par l'activité biologique), produisant ainsi des résultats qui ne seraient jamais observés sur le terrain.

L'extrapolation à l'aide de modèles mathématiques est caractérisée par des limitations tout aussi importantes. La plupart des modèles ne tiennent compte que d'une seule espèce chimique et s'appuient sur la supposition que les propriétés morphologiques des déchets sont constantes en fonction du temps, ce qui se produit effectivement très peu souvent. De plus, il devient de plus en plus évident que les réactions qui ont lieu à l'interface entre les déchets et le matériel environnant (habituellement deux environnements chimiques très différents) peuvent modifier les propriétés de transport du milieu de suspension et réduire de façon significative la lixiviation à long terme.

Ce compendium pourra laisser le lecteur sur son appétit, en soulevant plus de questions qu'il n'apporte de réponses. Toutefois, son objet premier est de constituer une brève introduction aux essais de lixiviation et d'offrir une source de références pour faciliter la sélection de méthodes de lixiviation qui sont appropriées à une application donnée. Un exemple de son utilité peut être trouvé dans Proposed Protocol for Stabilized/Solidified Wastes(42), publication dans laquelle on donne un exposé raisonné du choix et de l'interprétation des essais de lixiviation devant être utilisés dans la gestion de déchets solidifiés, en fonction de quatre utilisations et scénarios d'élimination différents.

RÉFÉRENCES

1. Sous-comité fédéral-provincial sur l'eau potable de Santé et Bien-être social Canada. Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada (1987).

2. Theis, T.L., "Reactions and Transport of Trace Metals in Groundwater," in Metal Speciation: Theory, Analysis, and Applications, Edited by J.R. Kramer and H.E. Allen, Lewis Publishers (1988).

3. American Society for Testing and Materials, Specifications for Reagent Water, ASTM D1193-77 (1977).

4. Deardorff, E.R., T.C. Rains, and W.F. Kock, Simulated Precipitation Reference Materials III, United States National Bureau of Standards (NBS), NBSIR-1953 (1980).

5. Materials Characterization Center, MCC-1P Static Leach Test Method (1984).

6. Stanforth, R., R. Ham, and M. Anderson, "Development of a Synthetic Municipal Landfill Leachate," Journal of the Water Pollution Control Federation, 51(7):1965-1975 (1979).

7. United States Environmental Protection Agency, Extraction Procedure (EP) Toxicity Method 1310; Test Method and Structural Test Methods for Evaluation of Solid Wastes, SW846 (1984).

8. Ministère de l'Environnement. Regulation 309/Leachate Extraction Procedure, gouvernement de l'Ontario (1985).

9. United States Environmental Protection Agency, "Hazardous Waste Management System; Identification and Listing of Hazardous Waste; Notification Requirements; Reportable Quantity Adjustments; Proposed Rule," Federal Register, 51(114):21648-21693 (1986). (Also Method 1311, U.S. EPA SW846.)

10. Ministère de l'Environnement. Procédure d'évaluation des caractéristiques des déchets solides et des boues pompables, Environnement Canada (1985).

11. State of California, "Criteria for Identification of Hazardous and Extremely Hazardous Wastes," California Code, Title 22, Article 11: 1800.75-1800.82 (1985).

12. Agence française de normalisation. Essai de lixiviation des déchets, France (1987).

13. Stegemann, J. et P.L. Côté. Test Methods for Solidified Waste Characterization, Environnement Canada, Ottawa, Canada (sous presse).

14. American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Shake Extraction of Solid Waste with Water, Annual Book of ASTM Standards, Volume 11-04 (1985).

15. Constable, T.W. et P.L. Côté. Mise au point et utilisations d'une méthode de lessivage par lots multiples, Environnement Canada, Ottawa, Canada, EPS 3/AT/1 (1986).

16. Materials Characterization Center, MCC-3S Agitated Powder Leach Method (1984).

17. Materials Characterization Center, MCC-1 Static Leach Test Method (1984).

18. Materials Characterization Center, MCC-2 Static, High-temperature Leach Test Method (1984).

19. Ham, R.K., M.A. Anderson, R. Stegmann, and R. Stanforth, Comparison of Three Waste Leaching Tests, United States Environmental Protection Agency, EPA-600/2-79-071 (1979).

20. United States Environmental Protection Agency, Multiple Extraction Procedure Method 1320, Test Methods for Evaluating Solid Waste, SW-846 (1986).

21. Gaskill, A., Jr., C.C. Allen, and R.S. Truesdale, A Procedure for Estimating Monofilled Solid Waste Leachate Composition, 2nd Edition, United States Environmental Protection Agency, SW-924 (1986).

22. Long, D.E., M.J. Houle, D.C. Weatherhead, Jr., and G.K. Rickas, Migration of Hazardous Substances Through Soil. Part IV. Development of a Serial Batch Extraction Method and Application to the Accelerated Testing of Seven Industrial Wastes, United States Army, Dugway Proving Ground, DPG-FR-87-015 (1987).

23. American Society for Testing and Materials, Standard Method for Sequential Batch Extraction of Waste with Water, ASTM D4793-88 (in press).

24. Young, P.J. and D.C. Wilson, Testing of Hazardous Wastes to Assess Their Suitability for Landfill Disposal, AERE Harwell, Environmental and Medical Sciences Division, United Kingdom, AERE-R 10737 (1982).

25. Van der Sloot, H.A., O. Piepers. and A. Kok, A Standard Leaching Test for Combustion Residues, Bureau Energie Onderzoek Projecten BEOP-31, Netherlands (1984).

26. Materials Characterization Center, MCC-4S Low-flow Rate Leach Test Method (1983).

27. Anon., "Leach Testing of Immobilized Radioactive Waste Solids," Journal of Atomic Energy Review, 9(1):195-207 (1971).

28. Organisation internationale de normalisation. Essai de lixiviation de longue durée des formes de déchets radioactifs solidifiés, ISO 6961-1982(E) (1982).

29. American Nuclear Society, Measurement of the Leachability of Solidified Low-level Radioactive Wastes by a Short-term Test Procedure, ANSI/ANS-16.1 (1986).

30. American Society for Testing and Materials, Standard Method for Leaching Solid Waste in a Column Apparatus, ASTM D4874-88 (1988).

31. Kalb, P.D. and P. Colombo, Full-scale Study of Commercial Reactor Waste Forms, Department of Nuclear Energy, Brookhaven National Laboratory (1983).

32. Bickford, D.F. and D.J. Pellarin, "Large Scale Leach Testing of DWPF Canister Sections," Materials Research Society Symposia Proceedings, 84:509-518 (1987).

33. United States Environmental Protection Agency, Evaluation of the RCRA Extraction Procedure - Lysimeter Studies with Municipal/Industrial Wastes (1983).

34. Ham, R.K. and T.J. Bookter, "Decomposition of Solid Waste in Test Lysimeters." Journal of the Environmental Engineering Division, 108(EE6):1147-1170

35. Hooker, R.L. and R.W. Root, Jr., Lysimeter Tests of SRP Waste Forms, United States Department of Energy, DP-1591 (1981).

36. Walter, M.B., M.J. Graham, and G.W. Gee, A Field Lysimeter Facility for Evaluating the Performance of Commercial Solidified Low-level Waste, Pacific Northwest Laboratory, PNL-5253 (1984).

37. Labuz, L.L., J.F. Villaume, and J.W. Bell, "Leachate Composition at an Experimental Test Cell of Coal Combustion Fly Ash," Materials Research Society Symposia Proceedings, 86:17-26 (1987).

38. Oblath, S.R., Leaching from Solidified Wasteforms Under Saturated and Unsaturated Conditions, E.I. du Pont de Nemours and Company, DP-MS-87-117 (1987).

39. Constable, T.W. and W.J. Snodgrass, Leachability of Radioactive Constituents from Uranium Mine Tailings, Wastewater Technology Centre, Environment Canada, EPS 3/MM/2 (1987).

40. Materials Characterization Center, MCC-5S Soxhlet Leach Test Method (1981).

41. Centre technique des eaux usées. Proposed Protocol for Stabilized/Solidified Wastes, Environnement Canada (sous presse).

BIBLIOGRAPHIE

Essais d'extraction avec agitation

Anderson, M.A., R.K. Ham, R. Stegmann, and R. Stanforth, "Test Factors Affecting the Release of Materials from Industrial Wastes in Leaching Tests," in Toxic and Hazardous Waste Disposal, Volume II, Edited by R.B. Pojasek, Ann Arbor Science Publishers Inc./The Butterworth Group, 145-168 (1979).

Blackburn, W.B. and I. Show, Collaborative Study of the Toxicity Characteristics Leaching Procedure (TCLP), United States Environmental Protection Agency, EPA Contract 68-03-1958 (1986).

Claes, M.J., Leaching of Low and Medium Level Wastes Packages Under Disposal Conditions, Edited by W. Krischer, R. Simon, M. Dozol, and P. Pottier, Commission of European Communities (1984).

Côté, P.L. and T.W. Constable, "Evaluation of Experimental Conditions in Batch Leaching Procedures," Resources and Conservation, 9:59-73 (1982).

Côté, P.L. and T.W. Constable, Development of a Canadian Data Base on Waste Leachability, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 805, 53-66 (1984).

De Groot, G.J., D. Wijkstra, D. Hoede, and H.A. van der Sloot, Leaching Characteristics of Hazardous Elements from Coal Fly Ash as a Function of the Acidity of the Contact Solution and the Liquid/Solid Ratio, Netherlands Energy Research Foundation (ECN), ECN-87-089 1987 (1984).

Francis, C.W. and M.P. Maskarinec, "Short- and Long-term Leaching of Solid Wastes from the H-Coal Coal Liquefaction Process," in Proceedings of the 2nd Conference on Management of Municipal, Hazardous, and Coal Wastes, 5-7 December 1983, Edited by S. Sengupta, United States Department of Energy, DOE/METC/84-34 (1984).

Francis, C.W. and M.P. Maskarinec, Field and Laboratory Studies in Support of a Hazardous Waste Extraction Test, Oak Ridge National Laboratory, Department of Civil Engineering, University of Tennessee, ORNL-6247 (1986).

Francis, C.W., M.P. Maskarinec, and J.C. Goyert, "A Laboratory Extraction Method to Simulate Codisposal of Solid Wastes in Municipal Waste Landfills," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing: Fourth Symposium, 2-4 May 1984, Edited by J.K. Petros, Jr., W.J. Lacy, and R.A. Conway, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 886, 15-35 (1986).

Greenfield, B.F., P. Greenham, C.R. Pellet, J.H. Rees, R.J.W. Streeton, and R. Thompson, Equilibrium Leach Testing of Magnox Fuel Cladding Residues, United Kingdom Atomic Energy Authority, AERE Harwell, AERE-R11390 (1984).

Ham, R.K., W.C. Boyle, and R.C. Krueger, "The Variability of Leaching Characteristics of Ferrous Foundry Waste and Comparison to Landfill Unsaturated Zone Leachate Quality," in World Conference on Hazardous Wastes, 25-31 October 1987, Department of Civil and Environmental Engineering, University of Wisconsin (1987).

Hasset, D.J., "A Generic Test of Leachability: The Synthetic Groundwater Leaching Method," in Waste Management for the Energy Resources, 29 April - 1 May 1987, North Dakota Mining and Mineral Resources Institute, University of Dakota (1987).

Jackson, K., "ASTM Standard Leach Test D 3986: A History," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing and Disposal, Volume VI, Edited by D. Lorenzen, R.A. Conway, L.P. Jackson, A. Hamza, C.L. Perkert, and W.J. Lacy, American Society for Testing and Materials, 367-374 (1986).

Jantzen, C.M. and D.F. Bickford, "Leaching of Devitrified Glass Containing Simulated SRP Nuclear Waste," Materials Research Society Symposia Proceedings, 44:135-146 (1985).

Johnson, E.A., L.L. Oden, and P.E. Sanker, Results of EPA Extraction Procedure Toxicity Test Applied to Copper Reverberatory Slags, Bureau of Mines, United States Department of the Interior, RI 8648 (1982).

Keeley, J.W. and R.M. Engler, Discussion of Regulatory Criteria for Ocean Disposal of Dredged Materials: Elutriate Test Rationale and Implementation Guidelines, United States Army Corps of Engineers, Waterways Experiment Station, D-74-14 (1974).

Kramer, J.R., J. Gleed, O. Mudroch, P. Bassard, and P. Collins, "Nature of Substrates in Industrial Wastes Relative to Elemental Leachability, Sequential Extractions and Elutions," in Ministry of the Environment, Technology Transfer Conference, October 1987, Department of Geology, McMaster University (1987).

Krischer, A. and R.A. Simon, "Results of a Round Robin Leaching Test for Vitrified Radioactive Waste," Rivista della Staz. Sper. Vetro, 5:179-183 (1984).

Maskarinec, M.P. and D.K. Brown, "Batch and Column Extraction Procedures for Organics in Solid Wastes," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing: Second Symposium, Edited by R.A. Conway and W.P. Gulledge, American Society for Testing and Materials, 141-151 (1983).

Mason, B.J., Round-robin Evaluation of Regulatory Extraction Methods for Solid Wastes, Electric Power Research Institute, EPRI-EA--4740 DE87 004106 (1986).

McGowan, L.J., Examinations of Batch and Column Procedures Used to Produce a Leachate from Retorted Oil Shale, Western Research Institute, United States Department of Energy, DE 86002054 (1985).

McKown, M.M., J.S. Warner, R.M. Riggin, M.P. Miller, R.E. Heffelfinger, B.C. Garrett, G.A. Jungclaus, and T.A. Bishop, "Solid Waste: Methodology for Evaluation," in Tests for Potential Mobility of Toxic Components as Leachates, Volume I, Battelle Columbus Laboratories, PB81-214900 (1981).

Penland, J.L., F.A. Steward, and L.E. Lancy, "Modified Leach Test Incorporating an Elutriation Step for the Evaluation of Metal Sludges," in Hazardous Solid Waste Testing: First Conference, 14-15 January 1981, Edited by R.A. Conway and B.C. Malloy, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 760, 186-200 (1981).

Phillips, R.B. and P.J. Marsden, Modification of TCLP to Accommodate Solidified Waste, United States Environmental Protection Agency, SSS-R-88-8974 (1987).

Pimenta, J., An Interlaboratory Study of the Ontario Regulation 309 Leachate Extraction Procedure, Ontario Ministry of the Environment (1986).

Roger, B., "Comparative Study of Two Selective Extraction Procedures, Readsorption Phenomenon During Mineralisation," Environmental Technology Letters, 7:539-546 (1986).

Thompson, D.W., Elutriate Test Evaluation of Chemically Stabilized Waste Material, United States Environmental Protection Agency, EPA-600/2-79-154 (1979).

Van der Sloot, H.A., J. Wijkstra, C.A. Van Strigt, and D. Hoede, "Leaching of Trace Elements from Coal Ash and Coal-ash Products," Energy Wastes in the Ocean, 4:467-497 (1985).

Warner, J.S., B.J. Hidy, G.A. Jungclaus, M.M. McKown, M.P. Miller, and R.M. Riggin, "Development of a Method for Determining the Leachability of Organic Compounds from Solid Wastes," in Hazardous Solid Waste Testing: First Conference, 14-15 January 1981, Edited by R.A. Conway and B.C. Malloy, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 760, 40-60 (1981).

Weeter, D.W. and H.L. Phillips, Structural and Leaching Aspects of Testing Fixated Solid Wastes Via the Toxicant Extraction Procedure, Oak Ridge National Laboratory, Department of Civil Engineering, University of Tennessee, ORNL/OEPA-11 (1979).

Welsh, S.K., J.E. Gagnon, M.T. Elnabarawy, "Comparison of Three Acid Extraction-Leaching Test Protocols," in Hazardous Solid Waste Testing: First Conference, 14-15 January 1981, Edited by R.A. Conway and B.C. Malloy, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 760, 28-39 (1981).

Zamorani, E. and N. Mazzocchi, "Preparation and Testing of Hydrated Cement Samples for Immobilization of Simulated Medium Active Waste," Nuclear Science Technology, 5(4):741-768 (1984).

Essais d'extraction sans agitation

McGrail, B.P. and V.L. Eliason, Data Report on Static Leach Tests with Savannah River Laboratory Defense Waste Glass in PBBI Brine at 90°C: Salt Repository Project, Pacific Northwest Laboratory, PNL/SRP-6253 UC-70 (1987).

Salman, S.M. and S.N. Salama, "Leaching of Some Glass-Ceramic Materials by Acid Solution," Journal of Non-Crystalline Solids, 83:114-125 (1986).

Shade, J.W. and D.M. Strachan, "Effect of High Surface Area to Solution Volume Ratios on Waste Glass Leaching," Ceramic Bulletin, 65(12):1568-1573 (1986).

Strachan, D.M., "Results from Long-term Use of the MCC-1 Static Leach Test Method," Nuclear and Chemical Waste Management, 4(2):177-188 (1983).

Strachan, D.M., B.O. Barnes, and R.P. Turcotte, "Standard Leach Tests for Nuclear Waste Materials," Scientific Basis for Nuclear Waste Management, 3:347-354 (1981).

Strachan, D.M., R.P. Turcotte, and B.O. Barnes, "MCC-1: A Standard Leach Test for Nuclear Waste Forms," Nuclear Technology, 56:306-312 (1982).

Sullivan, T. and C.R. Kempf, Low-level Waste Source Term Evaluation: Review of Published Modeling and Experimental Work, and Presentation of Low-level Waste Source Modeling Framework and Preliminary Model Development, Topical Report, Brookhaven National Laboratory, BNL-NUREG-52066 (1987).

Zamorani, E., G. Serrini, and H. Blanchard, "Static Leach Tests of Simulated MLW Conditioned in Cement," Radioactive Waste Management and the Nuclear Fuel Cycle, 7(1):29-46 (1986).

Essais séquentiels d'extraction chimique

Gibson, M.J. and J.G. Farmer, "Multi-step Sequential Chemical Extraction of Heavy Metals from Urban Soils," Environmental Pollution Series, 11:117-135 (1986).

McLaren, R.G. and D.V. Crawford, "Studies on Soil Copper. I. The Fraction of Copper in Soils," Journal of Soil Science, 24(2):172-181 (1973).

Tessier, A., P.G.C. Campbell, and M. Bisson, "Sequential Extraction Procedure for the Speciation of Particulate Trace Metals," Analytical Chemistry, 51(7):844-851 (1979).

Essais sériels par lots

Boyle, W.C., R.K. Ham, J. Pastene, and R. Stanforth, "Leachate Tests on Selected Foundry Cupola Dusts and Sludges," AFS Transactions, 89:767-786 (1981).

Garrett, B.C., M.M. McKown, M.P. Miller, R.M. Riggin, and J.S. Warner, Solid Waste Leaching Procedure Manual, Municipal Environmental Research Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Contract No. 68-03-2970 (1981).

Houle, M.J. and D.E. Long, "Interpreting Results from Serial Batch Tests of Wastes and Soils," in 6th Annual Research Symposium, Treatment and Disposal of Hazardous Wastes, United States Army, Dugway Proving Ground (March 1980).

Jackson, D.R., B.C. Garrett, and T.A. Bishop, "Comparison of Batch and Column Methods for Assessing Leachability of Hazardous Waste," Environmental Science Technology, 18(9):668-673 (1984).

Long, D.E., M.J. Houle, D.C. Weatherhead, Jr., and G.K. Rickas, Migration of Hazardous Substances Through Soil. Part IV. Development of a Serial Batch Extraction Method and Application to the Accelerated Testing of Seven Industrial Wastes, United States Environmental Protection Agency, United States Army, Dugway Proving Ground, DPG-FR-87-015 (1987).

Melnyk, T.W., F.B. Walton, and L.H. Johnson, "High-level Waste Glass Field Burial Test: Leaching and Migration of Fission Products," Nuclear and Chemical Waste Management, 5:49-62 (1984).

Villaume, J.F., B.C. Middlesworth, and D.F. Unites, "Use of Batchwise Extraction Procedure for Coal Ash Disposal Evaluation," in Hazardous Solid Waste Testing: First

Conference, 14-15 January 1981, Edited by R.A. Conway and B.C. Malloy, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 760, 99-111 (1981).

Welch, J.M., C.W. Sill, and J.E. Flinn, Leach Tests of Simulated Low-level Transuranic Waste Forms Containing Transuranic Elements, Idaho National Engineering Laboratory EG&G, United States Department of Energy, EGG-FM-6153 (1983).

Essais par immersion

Arora, H. and R. Dayal, Leaching Studies of Cement-based Low-level Radioactive Waste Forms, Brookhaven National Laboratory, BNL/NUREG-52026 (1986).

Atkinson, A., K. Nelson, and T.M. Valentine, "Leach Test Characterisation of Cement-based Nuclear Waste Forms," Nuclear and Chemical Waste Management, 6:241-253 (1986).

Barkatt, A., A. Barkatt, P.E. Pehrsson, P. Szoke, and P.B. Macedo, "Static and Dynamic Tests for the Chemical Durability of Nuclear Glass," Nuclear and Chemical Waste Management, 2:151-164 (1981).

Barkatt, A., P.B. Macedo, W. Sousanpour, A. Barkatt, M.A. Boroomand, P. Szoke, and V.L. Rogers, "Correlation Between Dynamic Leach Test Results and Geochemical Observations," Materials Research Society Symposia Proceedings, 227-235 (1983).

Barkatt, A., W. Sousanpour, A. Barkatt, M.A. Boroomand, and P.B. Macedo, "Leach Behaviour of SRL TDS-131 Defense Waste Glass in Water at High/Low Flow Rates," Materials Research Society Symposia Proceedings, 643-653 (1984).

Bernard, A., J.C. Nomine, G. Cornec, A. Bonnet, and L. Farges, "Long-term Leaching Tests on Full-scale Blocks of Radioactive Wastes," Nuclear and Chemical Waste Management, 3:161-168 (1982).

Coles, D.G., "A Continuous-flow Leach Testing Method for Various Nuclear Waste Forms," Nuclear and Chemical Waste Management, 2:245-252 (1981).

Côté, P.L. and D. Hamilton, "Leachability Comparison of Four Hazardous Waste Solidification Processes," in Proceedings of the 38th Industrial Waste Conference, Purdue University (1984).

Côté, P.L. and D. Isabel, Application of a Dynamic Leaching Test to Solidified Hazardous Wastes, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 851, 48-60 (1984).

Dayal, R., "Waste-water Interactions and Their Relevance to Nuclear Waste Disposal," Fifth International Association of Geochemistry and Cosmochemistry, 159-161 (1986).

Dayal, R., H. Arora, and N. Morcos, Estimation of Sc-137 Release from Waste/Cement Composites Using Data from Small-scale Specimens, Brookhaven National Laboratory, BNL-NUREG-51690 (1983).

Dayal, R., D.G. Schweitzer, and R.E. Davis, "Wet and Dry Cycle Leaching: Aspects of Releases in the Unsaturated Zone," NRC Nuclear Waste Management Geochemistry '83, NUREG/CP-0052 (1984).

Fuhrmann, M. and P. Colombo, Radionuclide Releases from Cement Waste Forms in Seawater, Brookhaven National Laboratory (1988).

Gilliam, T.M., "Leach Testing of Hydrofracture Grouts Containing Hazardous Waste," Journal of the Underground Injection Practices Council, 86(1):193-212 (1986).

Gilliam, T.M., "Immobilization of Mixed Waste," Waste Management, 3:729-732 (1987).

Gilliam, T.M. and J.A. Loflin, Leachability Studies of Hydrofracture Grouts, Oak Ridge National Laboratory, ORNL/TM-9879 (1986).

Haighton, A.P., The Influence of Leachant Composition on the Release of Caesium-137 from Ion-exchange Wastes Immobilized in Thermosetting Polymer Binders, North Western Region Scientific Services Department, NWR/SSD/83/007/R (1983).

Heiman, R.B., D.D. Wood, and R.F. Hamon, "Multicomponent Leach Tests in Standard Canadian Shield Saline Solution on Glasses Containing Simulated Nuclear Waste," Materials Research Society Symposia Proceedings, 26:191-200 (1984).

Isard, J.O. and D. Priestley, "Effect of Flow Rate in Chemical Durability Tests," Physics and Chemistry of Glasses, 26(6):221-222 (1985).

Ishida, M., T. Yanagi, and R. Terai, "Leach Rates of Composite Waste Forms of Monazite - and Zirconium Phosphate - Type, Journal of Nuclear Science and Technology, 24(5):404-408 (1987).

Kamizono, H., I. Shimizu, and T. Banba, "Continuous-flow Leach Tests of Simulated High-level Waste Glass in Synthesized Groundwater and Deionized Water," Journal of Nuclear Science and Technology, 24(4):308-314 (1987).

Matsuzuru, H. and A. Ito, "Effect of Dimension of Specimen on Amounts of Cesium-137, Strontium-90 and Cobalt-60 Leached from Matrix of Hardened Cement Grout," Journal of Nuclear Science and Technology, 15(4):296-301 (1978).

McCarthy, G.J., D.J. Hassett, K.R. Henke, R.J. Stevenson, and G.H. Groenewold, Characterization, Extraction, and Reuse of Coal Gasification Solid Wastes. Final Report. Volume II. Leaching Behavior of Fixed-bed Gasification Ash Derived from Northern Great Plains Lignite, Gas Research Institute, GRI 86/0261 (1986).

Ogard, A.E. and E.A. Bryant, "The Misused and Misleading IAEA Leach Test," Nuclear Chemical Waste Management, 3:79-81 (1982).

Pescatore, C. and A.J. Machiels, "A Criterion for Selecting Leach Test Specimen Sizes," Nuclear Technology, 56:297-300 (1982).

Sambell, R.A.J., C. Smitton, and A. Elsden, "A Contribution Towards a Standard Leach Test for Immobilized Low and Medium Level Waste," Nuclear and Chemical Waste Management, 3:125-129 (1982).

Serne, R.J., W.J. Martin, S.B. McLaurine, S.P. Airhart, V.L. LeGore, and R.L. Treat, Laboratory Leach Tests of Phosphate/Sulfate Waste Grout and Leachate Adsorption Tests

Using Hanford Sediment, Battelle Pacific Northwest Laboratory, United States Department of Energy, PNL-6019 (1987).

Strachan, D.M., "Effect of Flow Rate on the Leaching of Nuclear Waste Glass," Advances in Ceramics, 8:12-18 (1984).

Strachan, D.M. and G.J. Exarhos, "Standard Tests for Nuclear Waste Materials. II. MCC-4 Low Flow Leach Test," Fall Meeting of the American Ceramic Society, Pacific Northwest Laboratory, American Ceramic Society, PNL-SA-9487 (1981).

Taub, S.I. and B.K. Roberts, "Leach Testing of Chemically Stabilized Waste," 3rd Annual Conference on Treatment and Disposal of Industrial Wastewaters and Residues, 18-20 April 1978 (1978).

Walter, M.B., R.J. Serne, T.L. Jones, and S.B. McLaurine, Chemical Characterization, Leach, and Adsorption Studies of Solidified Low-level Wastes, Pacific Northwest Laboratory, PNL-6047 (1986).

Zamorani, E., F. Lanza, G. Serrini, and H. Blanchard, "Water Leachability of Cement Forms for Medium-level Waste Immobilization," Nuclear and Chemical Waste Management, 6:197-202 (1986).

Zamorani, E., G. Serrini, and H. Blanchard, "Calcium Release from Cement Samples of Different Size," Cement and Concrete Research, 16:394-398 (1986).

Essais par élution

American Society for Testing and Materials, New Method for Leaching Solid Waste in a Column Apparatus, D34-02 (1985).

Anon., Simulated Field Leaching Test for Evaluation of Surface Runoff from Land Disposal of Waste Materials, IU Conversion Systems, Inc. (1977).

Anon., Standard Leachate Test, A Short Review of Backgrounds, Setup and Execution of the Tests, Stichting Verwijdering Afvalstoffen, SVA/2302 (1977).

Brown, T.M., P.L. Bishop, and D.L. Gress, "Use of an Upflow Column Leaching Test to Study the Release Patterns of Heavy Metals from Stabilized/Solidified Heavy Metal Sludges," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing and Disposal, Volume VI, Edited by D. Lorenzen, R.A. Conway, L.P. Jackson, A. Hamza, C.L. Perkert, and W.J. Lacy, American Society for Testing and Materials, 79-90 (1986).

Darcel, F.C., "Column Leach Testing of Solid Industrial Wastes," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing: Second Symposium," Edited by R.A. Conway and W.P. Gulledge, American Society for Testing and Materials, 127-140 (1983).

Hjelmar, O., "Leachate from Incinerator Ash Disposal Sites," International Workshop on Municipal Waste Incineration, 1-2 October 1982, Water Quality Institute (1982).

Jackson, D.R., B.C. Garrett, and T.A. Bishop, "Comparison of Batch and Column Methods for Assessing Leachability of Hazardous Waste," Environmental Science Technology, 18(9):668-673 (1984).

Maskarinec, M.P. and D.K. Brown, "Batch and Column Extraction Procedures for Organics in Solid Wastes," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing: Second Symposium, Edited by R.A. Conway and W.P. Gulledge, American Society for Testing and Materials, 141-151 (1983).

McGowan, L.J., Examinations of Batch and Column Procedures Used to Produce a Leachate from Retorted Oil Shale, Western Research Institute, United States Department of Energy, DE 86002054 (1985).

Miner, R.A., C. Van Multby, and L.R. Dell, "The Results of an Interlaboratory Study of a Column Method for Leaching Solid Wastes," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing and Disposal, Volume VI, Edited by D. Lorenzen, R.A. Conway, L.P. Jackson, A. Hamza, C.L. Perkert, and W.J. Lacy, American Society for Testing and Materials, 375-389 (1986).

Nathwani, J.S. and C.R. Phillips, "Rates of Leaching of Radium from Contaminated Soils: An Experimental Investigation of Radium-bearing Soils from Port Hope, Ontario," Water, Air, and Soil Pollution, 9:453-465 (1978).

Pohland, F.G. and J.P. Gould, "Testing Methodologies for Landfill Codisposal of Municipal and Industrial Wastes," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing and Disposal, Volume VI, Edited by D. Lorenzen, R.A. Conway, L.P. Jackson, A. Hamza, C.L. Perkert, and W.J. Lacy, American Society for Testing and Materials, 45-62 (1986).

Steneker, R.C.H., H.A. van der Sloot, and H.A. Das, Leaching Studies on Dredged Material in Oxidized and Reduced State, Stichting Energieonderzoek Centrum Nederland, ECN-87-092 (1987).

Stevens, C., D.K.W. Jenkins, and D.C. Wilson, "Testing Procedure for Evaluating Codisposal of Industrial Wastes and Municipal Refuse with Particular Reference to Pesticides," in Hazardous and Industrial Solid Waste Testing: Second Symposium, Edited by R.A. Conway and W.P. Gulledge, American Society for Testing and Materials, 111-126 (1983).

Sullivan, P.J., S.V. Mattigod, and A.A. Sobek, "Dissolution of Iron Sulfates from Pyritic Coal Waste," Environmental Science Technology, 20(10):1013-1016 (1986).

Thacker, W.E., L.R. Dell, C. Van Maltby, J. Pfost, J. Morehouse, P. Massoth, and R. Miner, Preliminary Testing of a Column Extraction Method, American Society for Testing and Materials, D34.02.02 (1983).

Van der Sloot, H.A., J. Wijkstra, A. Van Dalen, H.A. Das, J. Slanina, J.J. Dekkers, and G.D. Wals, Leaching of Trace Elements from Local Solid Waste, Netherlands Energy Research Foundation (ECN), ECN-120 (1982).

Walter, M.B., R.J. Serne, T.L. Jones, and S.B. McLaurine, Chemical Characterization, Leach, and Adsorption Studies of Solidified Low-level Wastes, Pacific Northwest Laboratory, PNL-6047 (1986).

Essais de saturation

Ham, R.K., M.A. Anderson, R. Stegmann, and R. Stanforth, Comparison of Three Waste Leaching Tests, United States Environmental Protection Agency, EPA-600/2-79-071 (1979).

Essais avec l'appareil de Soxhlet

Kenna, B.T., "Analysis of Long-term Soxhlet Tests," Nuclear and Chemical Waste Management, 3:69-78 (1982).

Essais de lixiviation accélérés

Dougherty, D.R., R.F. Pietrzak, M. Fuhrmann, and P.A. Colombo, Accelerated Leach Test(s) Program. Annual Report, Brookhaven National Laboratory, BNL 52042 (1986).

Fuhrmann, M., R. Pietrzak, D. Dougherty, and P. Colombo, Progress in Development of an Accelerated Leach Test for Low-level Radioactive Waste Forms, Brookhaven National Laboratory, Conf-870859, Volume 3 (1987).

Pietrzak, R.F., M. Fuhrmann, J. Heiser, E.M. Franz, and P. Colombo, "Optimizing Conditions for an Accelerated Leach Test," 10th Annual DOE Low-level Waste Management Conference (1988).